

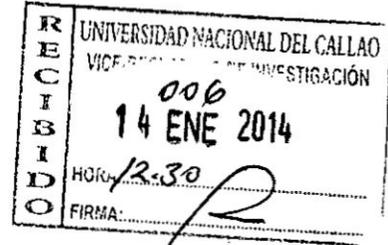
ID.A. 17803



ENE 2014

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO**  
**Facultad de Ingeniería Química**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN DE**  
**INGENIERÍA QUÍMICA**



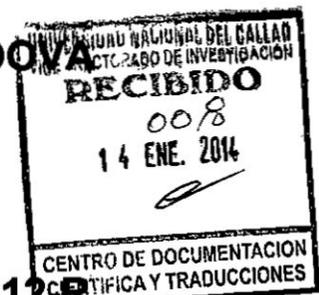
DETERMINACIÓN DEL MÉTODO ÓPTIMO DE EXTRACCIÓN DE ESTEVIÓSIDO Y REBAUDIOSIDO DE LAS HOJAS DE STEVIA (Stevia rebaudiana Bertoni) A NIVEL PILOTO EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES Y PROCESOS UNITARIOS DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO.

**INFORME FINAL**

Presentado por  
**ING. ZOILA MARGARITA DÍAZ CORDOVA**

Período de Ejecución  
**24 meses**

**RESOLUCIÓN RECTORAL N° 173-2012-R**



**01-FEB-2012 / 31-ENE-2014**

**CALLAO - PERÚ**  
**2014**

*Handwritten notes:*  
Muy  
1119  
03-01-2014  
15.45 L  
005

*Handwritten signature:*

# INDICE

	Pág.
I. RESUMEN.....	8
II. INTRODUCCIÓN.....	9
III. MARCO TEÓRICO.....	12
3.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE LA STEVIA, KAA'-HEÉ.....	12
3.1.1 Historia de la Stevia (Stevia Rebaudiana Bertoni).....	12
3.1.2 Descripción Morfológica de la Stevia .....	15
3.1.3 Requerimientos Agronómicos.....	19
3.1.4 Composición Química de la Stevia.....	20
3.1.5 Fórmula general de los glicósidos de Stevia.....	20
3.1.6 Fórmula del esteviósido .....	21
3.1.7 Algunas Impurezas.....	23
3.2 EDULCORANTES.....	23
3.2.1 Definición de edulcorantes.....	23
3.2.2 Importancia económica.....	24
3.2.3 Clasificación de Edulcorantes.....	26
3.2.4 Ingesta diaria admisible de los edulcorantes.....	27
3.2.5 Poder edulcorante.....	29
3.2.6 Clasificación de los edulcorantes.....	30
3.2.7 Edulcorantes calóricos o nutritivos.....	32
3.2.8 Edulcorantes no calóricos o no nutritivos y no calóricos nutritivos.....	34

3.2.9	Importancia de los edulcorantes en la industria de alimentos .	38
3.2.10	Propiedades de un edulcorante ideal .....	38
3.2.11	Estudio del mercado internacional y nacional de algunos edulcorantes calóricos o nutritivos .....	39
3.2.12	Mercado mundial de edulcorantes calóricos y no calóricos..	40
3.2.13	Razones para el uso de edulcorantes.....	42
3.2.14	Propiedades y usos de la Stevia como edulcorante.....	43
<b>3.3</b>	<b>LOS ESTEVIÓSIDOS</b> .....	<b>45</b>
3.3.1	Propiedades físico-químicas del esteviosido.....	45
3.3.2	Métodos de Extracción del esteviosido y rebaudiosido A....	47
<b>3.4</b>	<b>COLUMNAS DE INTERCAMBIO IÓNICO</b> .....	<b>49</b>
3.4.1	Resinas de intercambio iónico .....	49
3.4.1.1	Definición.....	49
3.4.1.2	Proceso de intercambio iónico.....	50
3.4.1.3	Tipos de resinas de intercambio iónico.....	50
<b>IV.</b>	<b>MATERIALES Y MÉTODOS</b> .....	<b>52</b>
4.1	EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS.....	52
4.2	DESCRIPCION DE EQUIPOS Y MATERIALES.....	53
4.3	MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS.....	56
4.3.1	Obtención de las hojas de stevia.....	56
4.3.2	Extracción de esteviósidos.....	56
4.3.2.1	Metodología de obtención del extracto crudo.....	56
4.3.2.2	Obtención de esteviosido en polvo por atomización	58
<b>V.</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	<b>63</b>
5.1	DETERMINACIÓN DE HUMEDAD DE LAS HOJAS.....	63

*24*

5.2 PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN DEL EXTRACTO DE STEVIA REBAUDIANA BERTONI.....	63
5.3 DETERMINACION DE LOS PARÁMETROS DE CALIDAD DEL EXTRACTO.....	66
5.4 DETERMINACION DE ESTEVIOSIDO EN POLVO POR ATOMIZACIÓN.....	70
<b>VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....</b>	<b>74</b>
<b>VII.- REFERENCIALES.....</b>	<b>77</b>
<b>VIII. APÉNDICE.....</b>	<b>82</b>
<b>ANEXOS</b>	

## LISTADO DE CUADROS

	Pág.
CUADRO N° 3.1 : CONSTITUYENTES QUÍMICOS DE LA STEVIA.....	22
CUADRO N° 3.2 : INGESTA DIARIA ADMISIBLE DE DULCORANTE .....	29
CUADRO N° 3.3 : PODER EDULCORANTE DE LOS SUSTITUTOS DEL AZÚCAR, CON RESPECTO A LA SACAROSA.....	30
CUADRO N° 3.4: DESCRIPCIÓN DE EDULCORANTES CALÓRICOS Y SUS USOS.....	32
CUADRO N° 3.5: DESCRIPCIÓN DE EDULCORANTES CALÓRICOS Y SUS USOS (CONTINUACIÓN).....	33
CUADRO N° 3.6 : EDULCORANTES NO CALÓRICOS NUTRITIVOS DE ORIGEN NATURAL .....	35
CUADRO N° 3.7 : EDULCORANTES NO CALÓRICOS NUTRITIVOS DE ORIGEN NATURAL (CONTINUACIÓN).....	36
CUADRO N° 3.8 : EDULCORANTES NO CALÓRICOS O NO NUTRITIVOS DE ORIGEN SINTÉTICO.....	37
CUADRO N° 5.1 : DETERMINACION DE LA HUMEDAD DE LAS HOJAS DE STEVIA ANTES DE LA MOLIENDA.....	63
CUADRO N° 5.2 : PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE MEZCLADO PARA LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.....	64
CUADRO N° 5.3 : AUMENTO DE TEMPERATURA EN LA ETAPA DE LIXIVIACIÓN O PARA LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.....	65

CUADRO N° 5.4 : PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE TAMIZADO PARA LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.....	65
CUADRO N° 5.5 : PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE PRECIPITADO PARA LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA. ....	66
CUADRO N° 5.6: PESO DE EXTRACTO.....	66
CUADRO N° 5.7: DENSIDAD DEL EXTRACTO.....	67
CUADRO N° 5.8 : PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA MEDICIÓN DEL PESO TOTAL DEL EXTRACTO, LOS °BRIX Y EL PH PARA EL EXTRACTO A BASE DE STEVIA...	67
CUADRO N° 5.9 : MASA DE ENTRADA PARA CADA UNA DE LAS PRUEBAS.....	68
CUADRO N° 5.10: PORCENTAJE EN PESO DE ESTEVIOSIDO RESPECTO AL PESO DE HOJA DE STEVIA.....	70
CUADRO N° 5.11: RENDIMIENTO DE POLVO DE STEVIA SECADO POR ATOMIZACIÓN.....	73

## **LISTADO DE FOTOS**

**(Elaboración propia)**

	<b>Pág.</b>
FOTO N° 3.1 : PLANTINES DE STEVIA.....	17
FOTO N° 3.2 : VIVERO DEL FUNDO CAMPOVERDE – UCAYALI.....	17
FOTO N° 3.3 : HOJAS SECAS DE STEVIA.....	19
FOTO N° 4.1 : RESINA CATIONICA.....	54
FOTO N° 4.2 : RESINA IÓNICA.....	54
FOTO N° 4.3 : COLUMNAS DE INTERCAMBIO IONICO.....	55
FOTO N° 4.4 : MOLINO DE MARTILLO Y HOJA MOLIDA.....	55
FOTO N° 4.5 : HOJAS MOLIDAS DE STEVIA.....	57
FOTO N° 4.6 : EQUIPO DE EXTRACCION INSTALADO EN EL LABORA- TORIO DE OPERACIONES Y PROCESOS UNITARIOS..	62
FOTO N° 5.1 : SOLUCIÓN MADRE.....	70
FOTO N° 5.2 : ROTAVAPOR.....	70
FOTO N° 5.3 : VOLUMEN DEL CONDENSADO.....	71
FOTO N° 5.4 : VOLUMEN DEL CONCENTRADO.....	71
FOTO N° 5.5 : AGITACIÓN DE LA MEZCLA.....	72
FOTO N° 5.6 : ATOMIZACIÓN.....	72

## LISTADO DE FIGURAS

	Pág.
FIGURA N° 3.1: PLANTA DE STEVIA.....	17
FIGURA N° 3.2 : ESTRUCTURA MOLECULAR DE LA STEVIA REBAUDIANA.....	21.
FIGURA N° 3.3 : ESTRUCTURA DEL ESTEVIÓSIDO.....	22
FIGURA N° 3.4 : CLASIFICACIÓN DE LOS EDULCORANTES UTILIZADOS EN LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS.....	31
FIGURA N° 4.1 : DIAGRAMA DE FLUJO DE EXTRACION DE ESTEVIO- SIDOS Y REBAUDIOSIDO A EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES Y PROCESOS UNITARIOSE.....	60
FIGURA N° 4.2 : DIAGRAMA DE PROCESO DE EXTRACI3N DE ESTEVIOSIDO Y REBAUDIOSIDO DE LA HOJA DE STEVIA REBAUDIANA BERTONI PROYECTADO PARA UNA PLANTA PILOTO.....	61

## I. RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo la determinación del método óptimo de extracción de estevósido y rebaudiosido de las hojas de Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni) a nivel piloto en el laboratorio de operaciones y procesos unitarios de la Universidad Nacional del Callao. El estudio se realizó con hojas de stevia procedente del fundo Campoverde del caserío Ricardo Palma, región de Ucayali. La búsqueda bibliográfica de los diferentes métodos de extracción patentados, permitió seleccionar al método de Giovanetto (Anexo N° 01), como el método óptimo de extracción y también se reconoce que es un método sencillo y económico de extracción de los componentes de la stevia.

La extracción se realizó empleando 0,5 Kg de hoja seca de humedad 8% (método AOCŚ, 1995), se trituró la hoja haciendo pasar por el tamiz malla 30, tamaño de partícula 0,592mm. Se dejó macerar por 20 horas con solución alcohólica, con una relación en peso de solución 1:10, y 30g de carbonato de calcio, se filtró, se concentró por evaporación, se agregó 10g de Hidróxido de Calcio y 10g de ácido cítrico. Una parte de esta solución madre se utilizó para el método de secado por atomización, y el resto se utilizó para la extracción con columnas de intercambio iónico utilizando resinas catiónicas y aniónicas, de las cuales se extrajeron los componentes, obteniéndose 19,84g; 17,20g y 17,10g de estevósido respectivamente por elusión de las columnas, constituyen el 14,4%; 13,63% y 13,41% de estevósido con relación a la hoja seca.

Por secado de atomización se trabajó en las condiciones de temperatura de aire 180°C, velocidad de aire del equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión de trabajo 1,3 bar, obteniendo el rendimiento de atomizado de 7,8; 7,5 y 7,3 con relación al peso de la solución. El producto obtenido por atomización es de color oscuro que se humedeció en poco tiempo. El polvo obtenido por el método de intercambio iónico es un polvo blanco, se conservó más tiempo sin humedad, además tiene buena apariencia, menos olor a hierba y sabor dulce ligeramente amargo, lo que lo convierte en un buen prospecto de industrialización.

## II. INTRODUCCIÓN

En el Mundo y en nuestro país se vienen utilizando grandes extensiones de terrenos para sembrar caña de azúcar para la obtención de bioetanol como combustible y para generación de energía eléctrica provocando el problema de escases de azúcar, el que redunda en empresas que utilizan como materia prima el azúcar, como las fábricas de gaseosas, gelatinas, yogurts, panaderías etc. Por otro lado, los cambios de hábito de alimentación en la población van por la tendencia a utilizar edulcorantes, restringiendo el uso de azúcar en sus dietas por lo que urge reemplazar el azúcar por edulcorantes, pero que sean naturales, protegiendo así también la salud de quienes consumen estos productos.

La Stevia (*Stevia rebaudiana* Bertoni) es un edulcorante natural que está tomando mucho auge en el mundo por las bondades que presenta, en el Perú se viene incentivando la siembra de la planta, la adaptabilidad de la Stevia ha sido probada en seis zonas agroecológicas andinas: en San Ignacio y Chota, pertenecientes al Departamento de Cajamarca, así como en la Región San Martín, Amazonas, en Huánuco y de acuerdo a la investigación anterior realizada por la autora también se ha probado la adaptabilidad en Ucayali cuyo contenido de esteviósidos totales en la hoja ha sido de 18,8 con respecto a la hoja seca, previa remediación de suelos (Díaz, 2012)

El objetivo principal es determinar del método óptimo de extracción de esteviósido y rebaudiosido de las hojas de Stevia (*Stevia rebaudiana* Bertoni) a nivel piloto. Con este proyecto se inicia el estudio de la industrialización a nivel piloto de la Stevia (*Stevia rebaudiana* Bertoni) en nuestro medio.

La presente investigación aplicada es importante porque apunta a proponer métodos de extracción de edulcorante en polvo para consumo humano, proveniente de las hojas de stevia, pudiendo convertirse en otra fuente de recurso agroindustrial.

## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN**

¿Cuál será método óptimo de extracción de esteviósido y rebaudiósido de las hojas de Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni) a nivel piloto?

## **OBJETIVOS**

### **a. OBJETIVO GENERAL**

Determinar el método óptimo de extracción de esteviósido y rebaudiosido de las hojas de Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni) a nivel piloto en el laboratorio de operaciones y procesos unitarios de la Universidad Nacional del Callao

### **b. OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- 1.- Estudiar los diferentes métodos conocidos de extracción de esteviósido y rebaudiosido de las hojas de Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni)
- 2.- Desarrollar el diagrama de flujo del proceso.
- 3.- Determinar los equipos necesarios para el proceso de extracción, a nivel piloto
- 4.- Determinar el método óptimo de refinación y/o separación de esteviósido del rebaudiósido de la Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni).

## **IMPORTANCIA Y JUSTIFICACION DE LA INVESTIGACION**

El país requiere de este tipo de investigaciones por lo que contribuye a la ampliación y adaptación de nuevas tecnologías, para el uso de nuevos recursos naturales. Hacer estudios sobre métodos de extracción de esteviósido y rebaudiósido de las hojas de Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni) a nivel piloto nos

permitirá aportar datos sobre la posibilidades de industrialización de esta planta en nuestro país. Este estudio no solo involucra un gran aporte en el desarrollo tecnológico sino también social, ya que habrían empresas interesadas en escalar a nivel industrial el método desarrollado en la presente proyecto, lo que generará fuentes de trabajo durante la implementación de una planta para extracción, durante el proceso y la rentabilidad por la comercialización del producto. Así también se promoverá el agro con la necesidad de conseguir la materia prima que son las hojas de stevia, incentivando a sembrar esta planta.

Por lo tanto podemos concluir que es grande el aporte científico y tecnológico que tiene este trabajo de investigación por lo que se justifica su desarrollo.

#### **FORMULACION DE LA HIPOTESIS**

Si realizamos la evaluación y el desarrollo experimental de las patentes de Giovanetto Roger H. , Jeffrey C. Evans y otros entonces podremos determinar el método óptimo de extracción de esteviósido y rebaudiósido de las hojas de Stevia (Stevia rebaudiana Bertoni) a nivel piloto en el laboratorio de operaciones y procesos unitarios de la Universidad Nacional del Callao.

### **III. MARCO TEÓRICO**

#### **3.1. Fundamentos Teóricos de la Stevia (Stevia Rebaudiana Bertoni), KAÁ-HEÉ**

La Stevia rebaudiana Bertoni, conocida también como “yerba dulce”, es una planta arbusiva semiperenne que se propaga naturalmente, originaria del noreste de Paraguay. Su importancia económica radica en que, en sus hojas, posee una sustancia denominada esteviósido, constituida por una mezcla de por lo menos seis glucósidos diterpénicos.<sup>1</sup>

##### **3.1.1 Historia de la Stevia (Stevia Rebaudiana Bertoni), KAÁ-HEÉ**

Los guaraníes de Paraguay y Brasil usaron el Kaá Heé como edulcorante natural durante siglos. El naturalista suizo Moisés Bertoni fue el primero en describirla científicamente en el Alto Paraná. Posteriormente, el químico paraguayo Oviedo Rebaudi descubrió en 1900 un glucósido en esta especie vegetal, por eso el nombre: Rebaudiana Bertoni. En ese año publica el primer análisis químico de la planta. Rebaudi descubrió en el Kaá Heé, este glucósido edulcorante capaz de endulzar 200 veces más que el azúcar refinado, pero sin los efectos tan contraproducentes que el azúcar común produce en el organismo humano. El Kaá Heé fue bautizada oficialmente en su honor como Stevia rebaudiana o Eupatorium rebaudiana.

---

<sup>1</sup> Glucósidos: molécula obtenida por condensación entre dos monosacáridos; Terpeno: molécula delípido derivado del hidrocarburo isopreno.

Usada desde la época precolombina por los guaraníes de la región, que la denominan kaá heé o "hierba dulce", como edulcorante para el mate y otras infusiones la Stevia Rebaudiana no llamó la atención de los colonizadores; no fue hasta su identificación por el naturista Moisés de Santiago Bertoni<sup>2</sup> en 1887 que se informó sobre sus propiedades edulcorantes. Sin embargo, las dificultades para la germinación de las semillas hicieron que un intento de exportarlas a Gran Bretaña para cultivarlas comercialmente durante la Segunda Guerra Mundial resultara infructuoso (Daciw, 2002).

Fue la hija de Bertoni, Vera, y su esposo Juan B. Aranda quienes comenzaron con éxito la domesticación del cultivo alrededor de 1964; el botánico Tetsuya Sumida introdujo cuatro años más tarde en Japón, que es hoy uno de los mercados principales del producto. En Paraguay el cultivo a gran escala comenzó en los años 1970, y desde entonces se ha introducido en Francia, España, Argentina, Colombia, Bolivia Perú, Corea, Brasil, México, Estados Unidos, Canadá, y sobre todo China, hoy el principal productor. La falta de autorización por parte de la FDA para su uso alimentario ha sido uno de los principales óbices para su consumo a gran escala.

Según la FDA (2005) la Stevia en su forma natural es 15 veces más dulce que el azúcar de mesa (sucrosa) y el extracto es de 100 a 300 veces más dulce que el azúcar. Algo importante de recalcar es que se ha descubierto que no afecta los niveles de azúcar sanguíneo, por el contrario, se ha podido encontrar que posee propiedades hipoglucémicas, las cuales mejoran la

---

<sup>2</sup> Moisés Santiago Bertoni, naturista paraguayo que estudió el clima, suelo y flora de su país (1857-1929)

tolerancia a la glucosa. Por este motivo se recomienda su uso a pacientes diabéticos.

El Centro de Investigación de Stevia de Brasil, que en el año 1970, en el Congreso Internacional de Diabetes, coincide con la tesis del Dr. Carlos A. Oviedo, "Efectos del Kaá Heé (Stevia rebaudiana Bertoni) sobre la glucemia. "Estudios sobre 25 razones clínicas hidrocarbonado normal".

En 1970, el Dr. Carlos A. Oviedo de la Facultad de Medicina de la UNA., expone los efectos del Kaá Heé sobre la glucemia. Información suministrada al 209ª Congreso de Diabetes realizado en Buenos Aires por el Dr. Ovidio Miguel.

En el Japón se experimenta el uso doméstico y su aplicación en las fábricas de alimentos y en la industria farmacéutica.

En 1976, en la 28ª Reunión Anual para el Progreso de la Ciencia, realizada en Brasilia, la Dra. Gila de Amaral de Von Schmelling presentó el trabajo titulado "Stevia rebaudiana Bertoni y sus efectos hipoglicemiantes en conejos aloxannizados", con el que deja comprobado el efecto antidiabético de la planta. (Primal Nature, 2005)

En el 6º Congreso de Farmacología, celebrado en Buenos Aires en el año 1976, también se presentaron 2 trabajos por el "Centro de Investigación de la Stevia" de la ciudad de San Paulo, el Primer trabajo fue: "El efecto inductor de la pérdida de peso corporal (demostración de la acción de Kaá Heé contra la obesidad)"; el segundo: "Los efectos anti arrítmicos (demostración sobre el valor beneficio para el funcionamiento regular del corazón)".

En el 7º Congreso Internacional de diabetes se dio a conocer su posible

acción hipoglucemiante. RODRIGUEZ, J.; SAENZ, M.: 2005

### 3.1.2 Descripción Morfológica de la Stevia

Zanon (2000) citado por Delgado: 2003 señala que la Stevia es una planta subfruticosa, con tallo anual, sub-leñosa, levemente pilosa en las extremidades, es ramificada formando múltiples brotes con tendencia a inclinarse pudiendo alcanzar hasta 1.20 m de altura. La raíz es perenne, fibrosa, filiforme, abundante, formando cepa. Las hojas son pequeñas (5cm de longitud y 2 cm de ancho), lanceoladas, muy dulces, festonadas, opuestas en verticilos alternados, la parte más ancha de la hoja se encuentra en la mitad de la parte superior, como se observa en la figura. Las flores se hayan dispuestas en capítulos pequeños (7 – 15 mm), terminales o axilares o agrupadas en partículas corimbosas, de lóbulos blancos. El fruto es un Aquenio delgado y plumoso.

**FIGURA N° 3.1: PLANTA DE STEVIA**



Fuente: Facultad de Agronomía de la Universidad de Buenos Aires

El cultivo de la stevia requiere de mucho cuidado, la producción de las plántulas se efectúa, generalmente, empleando semillas o brotes (hijuelos o vástagos), siendo este último el método de producción más ventajoso.

Zanon (2000), citado por Delgado: 2003 indica que en la propagación por semillas; la producción de las plántulas se realiza en almácigos convencionales, similares a los de tabaco u hortalizas, pero con algunas recomendaciones y practicas especiales, como la cobertura inmediatamente después de sembrar, con arpillera u otros textiles, a efectos de evitar que las semillas sean arrastradas por el viento. En la propagación por estacas o propagación agámica (asexual o vegetativa); sin embargo, dada la variabilidad genética antes mencionada, que puede ocasionar un cultivo con plantas de características muy disimiles entre si, lo conveniente es la clonación, es decir, la reproducción asexual, a partir de plantas características deseadas.

La calidad y cantidad de brotes que conforman cada cepa están directamente relacionadas, entre otros factores, con la edad y el manejo del cultivo que se ha de utilizar para la obtención del material en propagación. Por ello, se recomienda escoger para este fin una plantación constituida por cepas vigorosas de 3 a 4 años de edad, las cuales pueden contar con 20 o más brotes por planta. La extracción de las cepas destinadas a la obtención de las plántulas, se deberá efectuar en el periodo comprendido por los meses de julio y agosto, al inicio de la brotación.

**FOTO N° 3.1 : PLANTINES DE STEVIA**



**FOTO N° 3.2: VIVERO DEL FUNDO CAMPOVERDE - UCAYALI**



El periodo vegetativo de la stevia, por lo general tiene una duración de 2 a 3 meses, luego de la siembra (Díaz 2012) la duración depende de las prácticas a la que está sometido el cultivo.

Los resultados físicos encontrados en la Stevia con un periodo vegetativo de 3 meses alcanza la madurez fisiológica (las células llegan a su máximo crecimiento)

y empieza a mostrar indicios de madurez organoléptica, donde las hojas presentan un mayor dulzor (Brandle, 2001) citado por Delgado: 2003.

Entre las características organolépticas más saltantes , que darán comienzo a la madurez organoléptica, se podría mencionar al mayor dulzor, debido a la aparición cada vez mayor del esteviosido, la disminución del contenido de fibra, se acentúa el color verde – amarillo, aparición de aroma y olor.

Las hojas de stevia se cosecha antes o en la etapa de floración, siendo esta la etapa ideal para la cosecha, así Tanak (1982) indica que la cosecha de las hojas óptima para la extracción del edulcorante es antes de la floración, por otro lado Brandle (2001) señala que una vez que la stevia entra en florecimiento las concentraciones de glicósidos iniciales disminuyen. Por lo cual es recomendable trabajar con hojas cosechadas antes de la floración, a fin de optimizar la extracción.

El manejo post cosecha es de vital importancia, en este caso, el secado de las hojas para obtener una humedad adecuada, para la acción del principio activo, se efectúa normalmente en forma simple o natural, sin intervención de equipos, en un área semicerrada que se encuentra techada y permite la circulación de aire (galpón), por tanto no debe exponerse muchas horas al sol ni apilarlas en el galpón, las hojas requieren ser removidas constantemente a fin de agilizar el proceso. Se recurre al secado artificial mediante aire caliente, cuando las extensiones de cultivo son muy amplias (Díaz: 2012).

### FOTO N° 3.3 : HOJAS SECAS DE STEVIA



#### 3.1.3 Requerimientos Agronómicos

El hábitat natural de esta planta son las regiones semiáridas, pero perfectamente adaptable a regiones tropicales y subtropicales. En estado silvestre crece en terrenos arenosos, poco fértiles, pero requiere de un buen drenaje. Generalmente produce bien en suelos franco arenosos o franco arcillosos con pH entre 5.5 y 7.5. Es una planta de días largos y mucho sol. Produce muy bien desde el nivel del mar hasta los 1,500 metros de altura, incluyendo zonas costeras. Requiere de 1,400 a 1,800 mm de lluvia por año. La planta no soporta sequías muy prolongadas. Para su crecimiento soporta temperaturas de 13°C, estando la óptima en el rango de 18°C a 34°C. Resiste y prospera hasta los 43°C, pero acompañada de precipitaciones frecuentes. Valores por debajo de 13°C, inhiben el crecimiento hasta 5°C, y por debajo de este valor, la planta muere.

En zonas con altas precipitaciones es recomendable que el terreno tenga una ligera pendiente para evitar encharcamientos, también es recomendable establecer curvas de nivel. No se recomienda su plantación en suelos salinos.

En cuanto a la nutrición mineral, esta planta no es muy exigente en macro y micronutrientes. Sin embargo si el suelo es arcilloso o arenoso se recomienda adicionar materia orgánica. La plantación debe contar con tierra de bosque negra o materia orgánica preferentemente, humus de lombriz, estiércol vacuno o equino, no es recomendable la gallinaza por facilitar la presencia de nemátodos. Con estos productos se efectúa la restitución al suelo de los nutrientes extraídos por la planta, sin tener que recurrir al uso de fertilizantes sintéticos.

Si el suelo presenta acidez marcada, será necesario estudiar las causas y luego proceder a enmendar. Aunque algunos autores plantean que esta planta es más bien acidófila.

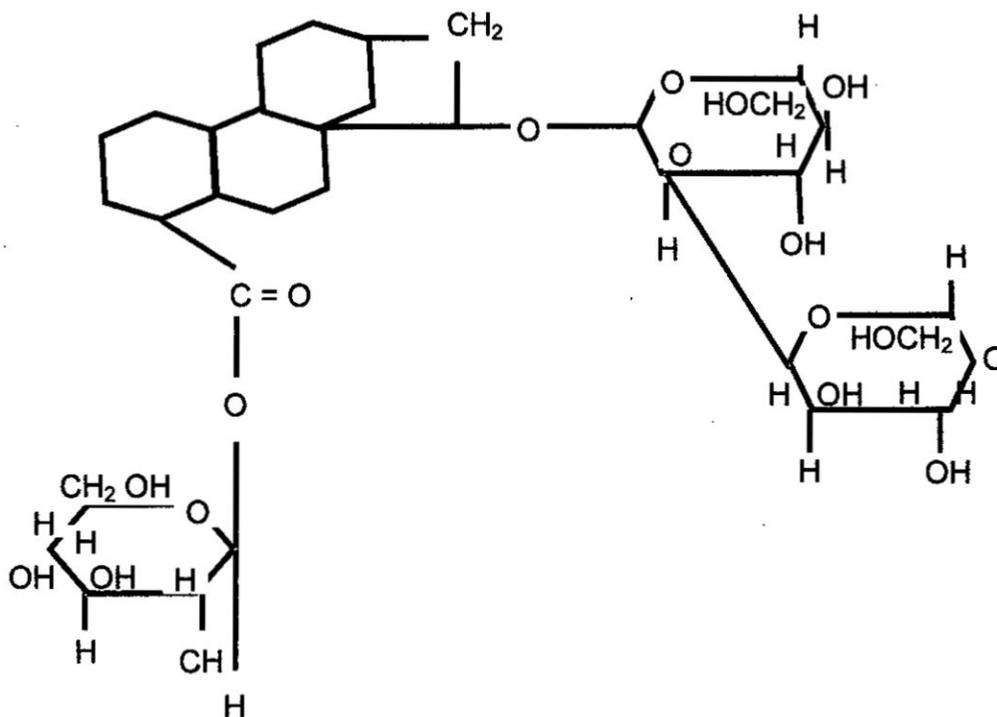
#### **3.1.4 Composición Química de la Stevia**

Cramer-Illcan (1987) citado por Pasquel (1999) indicó que las hojas de stevia *Rebaudiana Bertoni* contienen una mezcla compleja de diterpenos labdánicos, triterpenos, estigmasterol, taninos, aceites volátiles y ocho glicósidos diterpénicos dulces: Esteviósido, esteviolviósido, rebaudiósido A, B, C, D, E y dulcósido A. En la figura se observa los principales glicósidos de la stevia (esteviósido y rebaudiósido A)

#### **3.1.5 Fórmula general de los glicósidos de Stevia rebaudiana**

Químicamente la hoja de Stevia tiene el color verde más intenso que el de otras plantas, dicho color está en relación directa con su contenido de clorofila, el cual es 3 veces mayor al de otras plantas. También se postula que la clorofila se transforma en el principio dulce. Rojas: 2009

**FIGURA N° 3.2: ESTRUCTURA MOLECULAR DE LA STEVIA REBAUDIANA**

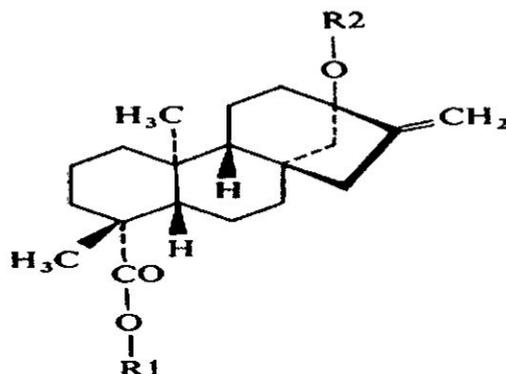


Fuente: Base de datos, biblioteca de la Facultad de Agronomía, Universidad Nacional de Buenos Aires

### 3.1.6 Fórmula del esteviósido

De estos glicósidos, las hojas contienen, básicamente esteviósido y rebaudiósido A, siendo este último más dulce y con menor sabor amargo que el esteviósido ; sin embargo el esteviósido se encuentra en mayor proporción y es más estable que los demás glicósidos, además de ser el segundo con mayor poder edulcorante. El rebaudiósido E es casi tan dulce como el esteviósido, el rebaudiósido D es casi tan dulce como el rebaudiósido A, en cuanto a los otros glicósidos son menos dulces que el esteviósido y están en menor proporción (todos suman el 1%) (Cramer- Illican, 1987 citado por Pasquel et al 1999).

FIGURA N° 3.3: ESTRUCTURA DEL ESTEVIÓSIDO



Fuente: Base de datos, biblioteca de la Facultad de Agronomía, Universidad Nacional de Buenos Aires

CUADRO N° 3.1 : CONSTITUYENTES QUÍMICOS DE LA STEVIA

CLASE	SUSTANCIA (%W/W MÁXIMO obtenido)
<b>Glicósidos diterpénicos</b>	Dulcósido A (0.029); Esteviolbíosido (0.04); Esteviósido (7.0); Rebaudiósido A (1.43); Rebaudiósido D (0.44); Rebaudiósido C (0.04); Rebaudiósido D (0.03); Rebaudiósido E (0.03)
<b>Diterpénicos Labdánicos</b>	Jhanol (0.0063); Austroinulina (0.06)
<b>Triterpenos</b>	Acetato de B- amidina (-); lupeol(-)
<b>Esteroides</b>	B-sitosterol(-); Estigmasterol (-)
<b>Glicósidos Flavonoides</b>	Rutina (0.0073); Centaureidina (-) ; quercitrina (-)
<b>Taninos</b>	No identificados
<b>Aceites Volátiles</b>	Porcentaje másico total 0.12%
<b>Alcanos</b>	Octano 3-Ol (0.00036); Oct 1- en-3 – Ol(0.00084)
<b>Aldehídos</b>	Hexan 1- OL (0.0011).
<b>Alcoholes</b>	Alcohol bencílico (0.00129)
<b>Monoterpenos</b>	Canfor (0.017); 1.8 -Cineol (0.00084); P-Cymeno(0.00084); Geraniol (0.0016); Linalol (0.0067); Limoneno (0.0012); Alfa_ Pineno (0.00084); Beta_ Pineno (0.00023); Terpinen-4-Ol(0.0012).
<b>Sesquiterpenos</b>	Λ-Cadineno(0.0036); s_Cadineno(0.0012); Alfa_Cadinol (0.0017); tert-cadinol(0.0028); Calamaneno(0.0018); β-Cariofileno (0.0013); Oxido de cariofileno (0.0019); Alfa- Cubebeno(0.00012); β-Elemeno(0.00036); Nerolidol(0.031); trans- β - farmaseno (0.00054); Alfa- Humuleno (0.0029); β- Selineno (0.0026).

Fuente: Base de datos, biblioteca de la Facultad de Agronomía, Universidad Nacional de Buenos Aires

### **3.1.7 ALGUNAS IMPUREZAS**

Las impurezas que se obtienen en los extractos de hojas de stevia son materiales típicos de la planta, como pigmentos y sacáridos. Un estudio reportó la identificación de las sustancias en las fracciones no-glicosídicas de las hojas de stevia, obtenidas usando SCFE: ácido decanoico, ácido 8,11,14-ecosatrienoico, espatuleno, 2-metiloctadecano; pentacosano, octocosano, estigmasterol, b-sitosterol, a- y b-amirina, lupeol; acetato de b-amirina; y triterpeno pentacíclico. Estas sustancias altamente no polares representan 56% del total de los extractos no glicosídicos, el 44% restante no están identificados.

## **3.2 EDULCORANTES**

### **3.2.1 Definición de edulcorantes**

Los edulcorantes son aditivos alimentarios que confieren sabor dulce a los alimentos. Una de las características de los edulcorantes es que pueden ser sustituidos entre sí, sobre todo en la industria de alimentos y bebida. Aunque dicha sustitución no es perfecta, por ejemplo en industrias como la confitería, chocolatería y de repostería se utilizan edulcorantes en estado sólido, mientras que en la industria láctea y de bebidas se pueden utilizar edulcorantes líquidos.

Las sociedades del mundo vienen aceleradamente cambiando hábitos alimentarios siendo la tendencia 'naturalista y orgánica', proponiendo una nutrición más sana (orgánica), con menos aditivos artificiales lo cual es notablemente notorio por la alta utilización de edulcorantes naturales no-calóricos, entre los que resalta

el Kaá Heé por sus propiedades tanto medicinales, culinarias como para la industria alimenticia, cosmética y farmacéutica. Situando al Kaá Heé entre los rubros alternativos de mayor rentabilidad por superficie cultivada. Osorio: 2007.

La producción mundial de Stevia está en más de 30 000 (treinta mil ha), de las cuales 25 mil se hallan en china continental. El Paraguay ocupa el segundo lugar con unas 800 has. Otros países productores son, Corea, Canadá, Malasia, Vietnam, Brasil, Colombia, Ecuador, Argentina, Filipinas, Singapur, Tailandia, España y otros en menor escala.

Entre los mercados más competitivos se hallan el japonés, el norteamericano, el canadiense, parte de Europa y el resto de Asia. El mercado Latinoamericano, aun en su etapa de desarrollo, relativamente desconocido, representa un mercado potencial de gran envergadura.

El mercado mundial de edulcorantes de alto poder y bajo contenido calórico, es equivalente a entre 15 y 20 millones de kg de esteviósido por año.

La distribución del consumo mundial de edulcorantes se compone de 148 millones de toneladas de azúcar de caña, 20 millones de toneladas de edulcorantes artificiales y 4 mil toneladas de esteviósidos.<sup>3</sup>

### **3.2.2 Importancia económica**

El principal producto de esta planta es la hoja, cuya siembra y cosecha serán preferentemente orgánicas y sin empleo de agroquímicos, lo que dará un mayor

---

<sup>3</sup> <http://www.monografias.com/trabajos87/stevia-rebaudiana-y-sus-potencialidades>

valor agregado al producto. Como cultivo orgánico en Perú alcanza hasta US \$ 3,50 USD/kg de hoja seca. Zubiarte: 2007.

El principio activo de la stevia son el esteviósido y el rebaudiósido, que son los glucósidos responsables del sabor dulce de la planta. Estos principios aislados son hasta 300 veces más dulces que la sacarosa.

En los últimos tiempos, esta planta ha atraído la atención de muchos debido a que, en sus hojas, posee una sustancia denominada esteviósido, reconocido como uno de los edulcorantes más potentes y sanos del planeta, por sustituir el azúcar de caña y de remolacha y ofrecer a sus consumidores una alternativa sana, constituida por una mezcla de por lo menos, seis glucósidos diterpénicos, su peso molecular es de 804,80 g, cuya fórmula es  $C_{38}H_{60}O_{18}$ , que son los compuestos que le proporcionan la característica de un dulzor mayor que el de la sacarosa y que por sus características físico-químicas y toxicológicas permite su inclusión en la dieta humana, para ser utilizada como un edulcorante dietético natural, sin efectos colaterales. Pero en exceso puede resultar de gusto amargo e indeseable, atenuado en dependencia del método utilizado para su extracción. Este regusto, según Phillips (1987), citado por Delgado: 2003 es atribuido a la presencia de aceites esenciales, taninos y flavonoides, mientras que Soejarto et al (1983), citado por Delgado: 2003 creen que los sesquiterpenos de lactona son responsables de esta característica. Por su parte, Tsanava et al (1991), citado por Delgado: 2003 sugieren que tanto el cariofileno como el spathulenol contribuyen decisivamente al regusto. Sin embargo, como señaló Phillips (1987), el esteviósido y el rebaudiósido

son parcialmente responsables del regusto, aunque la contribución del rebaudiósido es significativamente inferior al del esteviósido.

### **3.2.3 Clasificación de Edulcorantes**

La Sacarina fue el primer edulcorante obtenido sintéticamente en el año de 1879 por los científicos Remsen y Fahlberg, su sabor dulce fue descubierto por accidente. Un proceso para la creación de Sacarina a partir de phthalic anhidro fue desarrollado en 1950 y actualmente la Sacarina es producida a través de ambos procesos. Es de 3 a 5 veces más dulce que el azúcar (sacarosa). El sabor de los edulcorantes y los riesgos de salud pública son otros factores que inciden en su preferencia.

El azúcar es un producto edulcorante de gran importancia para el consumo humano por su alto contenido energético. El azúcar proporciona en promedio el 12% de los hidratos de carbono, los cuales son elementos productores de energía en el cuerpo humano (Pérez, Y., 2011), citado por Méndez, F.; Saravia R.: 2012.

El desarrollo de la industria azucarera a nivel mundial ha evolucionado para constituirse en una importante agroindustria, generando empleos y divisas para los países productores y exportadores (Secretaría de Economía de México, 2012).

En los países desarrollados el consumo de azúcar de mesa (sacarosa) supera los cuarenta kilos por persona al año. Por otra parte, existen motivos por los cuales su uso debe ser limitado y/o eliminado de la dieta de muchas

personas (caries dentales, alimentos de bajo contenido calórico, para diabéticos o por motivos de economía), sin embargo el hombre no desea renunciar al placer del sabor dulce, por lo que ha buscado sustancias capaces de sustituir al azúcar (Secretaría de Economía de México, 2012).

La sacarosa comercial, extraída de la caña de azúcar es el principal endulzante de la industria de alimentos. El cultivo de la caña y la exportación de azúcar constituyen factores de gran importancia en la economía de muchos países.

En el Perú la caña de azúcar es uno de principales cultivos agroindustriales, genera un valor importante al valor bruto de la producción agropecuaria en especial al subsector agrícola, en diciembre de 2012 la caña de azúcar aportó 704,3 millones de nuevos soles con un crecimiento de 4,9 con respecto al año 2011 (MINAG\_DGCA\_DIA:2013). La producción de azúcar comercial al año 2012 fue 1,106,280 toneladas, con un crecimiento de 2,8 % con respecto al año anterior.. El consumo interno en el Perú ha tenido crecimientos desde el año 2004 con 557,435 toneladas, pasó al año 2011 con 746,506 toneladas consumidas con un crecimiento del 33,9% en este periodo (MINAG\_DGCA\_DIA:2013). Anexo N° 2.

#### **3.2.4 Ingesta diaria admisible de los edulcorantes**

Se entiende como ingesta diaria aceptable (IDA) la cantidad de aditivo alimentario que puede consumirse en la dieta diariamente durante toda la vida sin riesgos para la salud. Por el momento, no existen datos suficientemente fiables que demuestren que la ingesta diaria de edulcorantes artificiales pueda ser

perjudicial en cantidades moderadas, citado por Méndez, F; Saravia, R. 2012.

Sin embargo, el incremento de estos aditivos en determinados productos, especialmente bebidas refrescantes y un consumo cada vez mayor, puede comprometer los niveles de ingesta diaria de modo que se excedan los límites recomendables. Con lo cual, no se descartan alteraciones imprevisibles, el efecto a largo plazo del consumo diario de edulcorantes continúa siendo objeto de investigaciones médicas en todo el mundo desde hace varios 25 años.

La Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO), Organización Mundial de la Salud (OMS) y la Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria (EFSA), fundamentándose en el resultado de diversas investigaciones, avalan los beneficios de los endulzantes artificiales no calóricos para determinados grupos de población. Diversos estudios señalan que su consumo no causa riesgos en niños, mujeres embarazadas o en período de lactancia, diabéticos y personas que deben controlar su peso o mantenerlo (Chan P, Tomlinson B., Chen Y.J, 2000, citado por Méndez, F; Saravia, R. 2012.

Los niveles de consumo diario de estos productos son expresados mediante el valor de IDA (Ingesta Diaria Admisible) que representa la cantidad de sustancia que puede ser consumida todos los días durante toda la vida de una persona sin producir daño a la salud como lo indica el cuadro N° 3.2.



### CUADRO N° 3.2 :

#### INGESTA DIARIA ADMISIBLE DE DULCORANTE (mg/Kg/día)

Edulcorante	FAO/OMS	EFSA
Acesulfame de K+.	0-15	0-9
Aspartame.	0-40	0-40
Ciclamato de Na/Ca.	0-11	0-7
Sacarina de Na/Ca.	0-5	0-5
Sucralosa.	0-15	0-10

Fuente: Alonso J.R, (2010); tomado de Méndez, F; Saravia, R. 2012.

La misma se expresa en mg/kg de peso corporal/día. Esta IDA es estipulada por los organismos internacionales regulatorios sobre alimentos, estableciendo por ejemplo para la Sacarina un IDA de 0-5 mg/kg/día. "Edulcorantes Naturales" (Alonso J.R, 2010).

#### 3.2.5 Poder edulcorante

El poder edulcorante (PE) de los sustitutos del azúcar con respecto a la sacarosa como se muestra en el cuadro 1.2, son de sumo interés para la industria de alimentos. El poder edulcorante (PE) se define como: "gramos de sacarosa que hay que disolver en agua para obtener un líquido de igual sabor que la disolución de 1gramo de edulcorante en el mismo volumen" (Pérez, Y., 2011).

**CUADRO N° 3.3:**  
**PODER EDULCORANTE DE LOS SUSTITUTOS DEL AZÚCAR,**  
**CONRESPECTO A LA SACAROSA.**

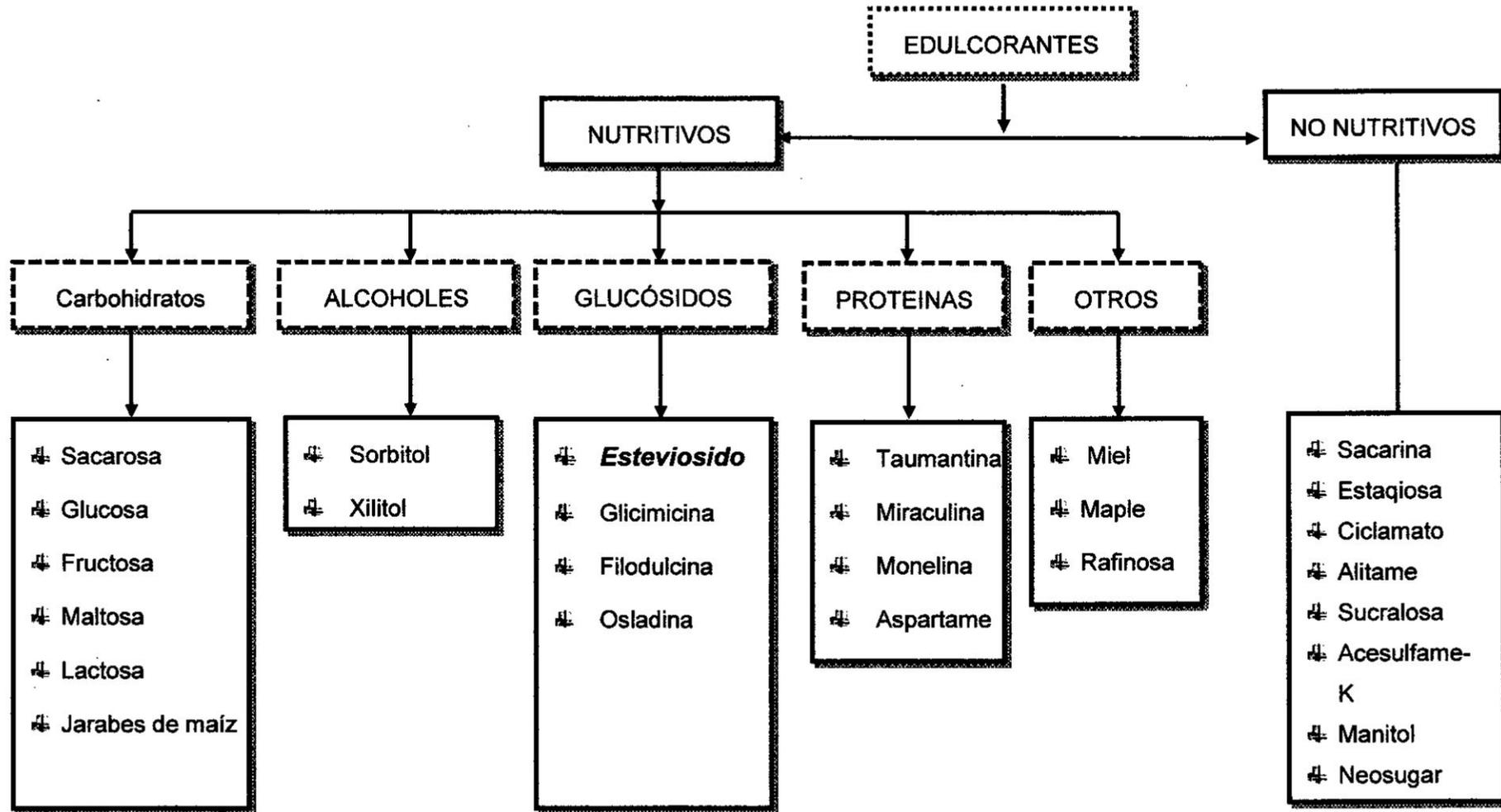
Compuesto	P.E	Compuesto	P.E
Lactosa	0.4	Ciclamato	30-80
Dulcitol	0.4	Glicirricina	50-100
Neosugar	0.4 - 0.6	Aspartame	100-200
Maltosa	0.5	Acesulfame-K	130-200
Sorbitol	0.5	Sacarina	200-700
D-glucosa	0.7	Dulcina	250
D-xilosa	0.7	Esteviósido	300
Manitol	0.7	Narangina	350
Glicerol	0.8	Filodulcina	400
Sacarosa	1.0	Sucralosa	600-800
Xilitol	1.0	Hernandulcina	1,000
Jarabe invertido	1.05	Alitame	2,000
Fructosa en solución	1.15 - 1.25	Neohesperidina	2,000
Fructosa cristalizada	1.8	Monelina	2,000-2,500
Licasina	25 - 50	Taumantina	2,500

Fuente: Pérez, Y., (2011) tomado de Méndez, F; Saravia, R. 2012.

### 3.2.6 Clasificación de los edulcorantes

Los edulcorantes utilizados en la industria de alimentos se encuentran divididos en 2 grandes grupos: edulcorantes calóricos o nutritivos y edulcorantes no calórico o no nutritivo, y se clasifican como lo muestra la figura 3.4 (Alonso J.R, 2010)

Figura N° 3.4: CLASIFICACIÓN DE LOS EDULCORANTES UTILIZADOS EN LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS.



Fuente: "Énfasis en Alimentación, (2011).

### 3.2.7 Edulcorantes calóricos o nutritivos

Son los que consumidos aportan 4 kilocalorías por gramo, tienen un valor calórico por unidad de peso idéntico al de la sacarosa (azúcar de mesa). (Alonso J.R, 2010).

**CUADRO N° 3.4  
DESCRIPCIÓN DE EDULCORANTES CALÓRICOS Y SUS USOS.**

PRODUCTO	DESCRIPCIÓN	USOS
<b>Jarabe de maíz de alta fructosa</b>	Este jarabe se fabrica mediante la isomerización de la dextrosa en el almidón de maíz. Además sinergiza el poder edulcorante de la sacarosa y de otros edulcorantes no nutritivos, de ahí que se use industrialmente. Se ha mencionado que su empleo puede producir lesiones hepáticas e incrementos del ácido úrico; también aumento del apetito por estimulación pancreática.	Ha reemplazado al azúcar en muchos alimentos y bebidas. Por su mayor poder edulcorante y solubilidad, le permite incorporarse fácilmente a los productos, realizándoles el sabor, color y estabilidad.
<b>Sacarosa</b>	Se obtiene a partir de varias plantas. En climas tropicales y subtropicales puede ser extraída de la caña de azúcar. En lugares templados es común extraerla de la remolacha azucarera. No obstante, también hay otras plantas como el Arce, del cual se obtiene su jarabe del troco; la palmera datilera, siendo los dátiles la fuente pero esta vez con una menor calidad a las anteriores y por último podemos mencionar el sorgo azucarero, cultivado en oriente, muy parecido a la caña de azúcar pero de muy baja calidad.	Principalmente es usada para dar sabor a los alimentos, para hacer jaleas y mermeladas, bebidas carbonatadas, bebidas de fruta, caramelos, yogures, condimentos, alimentos enlatados y envasados. Entre otros, también es usada para ayudar a la fermentación de algunas bebidas alcohólicas.
<b>Fructosa</b>	Es el azúcar de la fruta, caracterizada por endulzar el doble de la azúcar común. Su poder energético es de 4 kilocalorías por gramo, en otras palabras se puede describir como un producto light.	Se usa para mermeladas, bebidas, helados y se puede conseguir en las dietéticas solo que no se usa masivamente por su alto costo.

Fuente: Alonso J.R, (2010)

**CUADRO N° 3.5**

**DESCRIPCIÓN DE EDULCORANTES CALÓRICOS Y SUS USOS**

**(CONTINUACIÓN).**

<b>PRODUCTO</b>	<b>DESCRIPCIÓN</b>	<b>USOS</b>
<b>Lactosa</b>	Se le llama también azúcar de la leche. La lactosa se trata con lactasa para la obtención de mezclas de glucosa y galactosa, que a su vez pueden ser isomerizadas por tratamiento con glucosa isomerasa. Estos hidrolizados de lactosa tienen un poder edulcorante considerable. También se utiliza la lactosa en la obtención por vía enzimática de galacto-oligosacáridos.	Uno de los usos de la lactosa consiste en su transformación en lactulosa, que es empleada en la elaboración de productos para la alimentación infantil, así como en leches fermentadas y productos en polvo con contenidos en lactulosa del 4 al 8%. También se destina parte de la lactosa a la producción de lactitol que puede ser utilizado en alimentación. También se utiliza en productos de bollería, sopas y otros productos deshidratados.
<b>Jarabe de malta</b>	El jarabe de la malta se obtiene del almidón como materias primas, a través de la licuefacción de la amilasa, y $\beta$ -amilasa, sacarificación sinérgica de la enzima de desconexión, obteniendo maltosa refinada del 70% de los productos del azúcar del almidón.	El jarabe de la maltosa tiene función similar a la glucosa líquida en la industria de alimentos, también se utiliza en caramelos, bebidas, líquidos, leche malteada, tortas, bebidas y otros aspectos como dulcificantes nutritivos.
<b>Miel</b>	Se trata de un fluido dulce y viscoso producido por las abejas a partir del néctar de las flores o de secreciones de partes vivas de plantas. Es rica en fructosa y glucosa. Su poder endulzante es dos veces mayor que el azúcar de caña.	La miel es utilizada como edulcorante sustitutivo del azúcar, también posee un gran poder antibiótico y emoliente, por lo que ha sido utilizada desde siempre en el tratamiento de heridas, quemaduras, úlceras, etc., debido a su contenido en una sustancia de efecto antimicrobiano denominada inhibida.

Fuente: Alonso J.R, (2010)

### **3.2.8 Edulcorantes no calóricos o no nutritivos y no calóricos nutritivos (Wikipedia, 2012)**

Un sustituto del azúcar o edulcorante no calórico es un aditivo para los alimentos que aumenta el efecto del azúcar, pero que usualmente tiene menos energía. Algunos sustitutos del azúcar son naturales y algunos son sintéticos. Aquellos que no son naturales en general son conocidos como edulcorantes artificiales.

Los extractos naturales como el de Stevia, aunque es no calórico, aporta otro tipo de nutrientes, por lo que se clasifica también como edulcorante no calórico nutritivo. Algunos edulcorantes intensivos tienen una dulzura varias veces superior a la del azúcar común de mesa. Por lo que se requiere, mucho menos edulcorante y la contribución y energía es a menudo insignificante.

El cuadro N° 3.6 muestra una breve descripción de edulcorantes conocidos como no calóricos nutritivos que son obtenidos de fuentes naturales.

### CUADRO N° 3.6

#### EDULCORANTES NO CALÓRICOS NUTRITIVOS DE ORIGEN NATURAL.

PRODUCTO	DESCRIPCIÓN	USOS
<b>Taumatina</b>	La Taumatina representa a un conjunto de proteínas (polipéptidos) extraídas de la pulpa que rodea las semillas de una planta originaria de África Occidental. Es considerada la sustancia más dulce del planeta (1,600 veces más que una solución de sacarosa al 10%), La ingesta diaria de Taumatina es de 2 mg/día según la FDA.	Mezclada con glutamato, puede utilizarse como potenciador del sabor. Bebidas a base de café, gomas de mascar, aperitivos bajos en grasa, yogures, postres, bebidas alcohólicas, etc.
<b>Monelina</b>	Esta proteína se encuentra en la pulpa del fruto de la especie tropical Dioscoreophyllum cuminsi. Es aproximadamente 1,000 veces más dulce que el azúcar.	La Monelina no se emplea en bebidas dado que pierde la capacidad edulcorante con el tiempo.
<b>Miraculina</b>	Esta planta pertenece a la familia de las Sapotáceas, y es oriunda de África Occidental. No tiene sabor dulce intenso por sí misma, pero modifica profundamente los sabores al entrar en contacto con las papilas gustativas, transformando el sabor ácido en dulce.	Por el momento, no tiene aplicaciones industriales.
<b>Brazzeina</b>	Proteína proveniente de los frutos secos y ahumados de Pentadiplandra brazzeana. Caracterizada por ser 1,000 veces superior en dulzor a la sacarosa, y termoestable. Junto al Acesulfame de K, prolonga el sabor de éste. Comercialmente se le conoce con el nombre de Sweet®.	Utilizado en la industria de alimentos y farmacéutica a nivel mundial como edulcorante natural no calórico en bebidas, comidas y medicamentos.
<b>Sorbitol</b>	Alcohol Polihídrico, aislado del rizoma de Polypodium vulgare, es aproximadamente 3,000 veces más dulce que la sacarosa. Se encuentra en forma natural en ciertas bayas y frutas. Se clasifica como edulcorante nutritivo porque cada gramo contiene 2.4 calorías, bastante menos que las 4 de la sacarosa.	Es el edulcorante que contienen generalmente los chicles 'sin azúcar'. El sorbitol se emplea en muchos productos alimenticios dietéticos.

Fuente: Alonso J.R, (2010).

**CUADRO N° 3.7**

**EDULCORANTES NO CALÓRICOS NUTRITIVOS DE ORIGEN NATURAL  
(CONTINUACIÓN).**

PRODUCTO	DESCRIPCIÓN	USOS
<b>Glicirricina</b>	Obtenida en el año 1809 del rizoma de la especie <i>Glycyrrhiza glabra</i> , conocida como regaliz. Es originaria del sur de Europa. Su poder endulzante es 60 veces mayor que el de la sacarosa.	Se utiliza para edulcorar alimentos y bebidas. Se emplea también en tabletas y para aromatizar el tabaco.
<b>Neohesperidina dihidrochalcona</b>	La neohesperidina dihidrochalcona se obtiene por modificación química de una sustancia presente en la naranja amarga ( <i>Citrus aurantium</i> ). Es entre 250 y 1,800 veces más dulce que la sacarosa, y tiene un sabor dulce más persistente, similar al del regaliz. Se degrada en parte por la acción de la flora intestinal.	Es utilizado por la industria de alimentos como aditivo para la elaboración de diferentes productos como goma de mascar, caramelos, bebidas carbonatadas, bebidas no carbonatadas, yogurt, helados, postres, edulcorantes de mesa. Tiene asignado el código de aditivo E-959 en el listado de la Unión Europea.
<b>Esteviósido</b>	La <i>Stevia rebaudiana bertonii</i> es una especie sudamericana originaria del Paraguay, sur de Brasil y noreste de Argentina. Se la conoce mundialmente como yerba dulce o 'ka-á-he-é'. Las hojas de esta especie contienen otros principios endulzantes como son los rebaudiósido A y B. El esteviósido en forma pura es 300 veces más dulce que una solución al 0.4% de sacarosa. En cuanto a calorías, 10 hojas secas equivalen a 1 kilocaloría.	Edulcorante de mesa, en bebidas, pastelería, confitería, yogurt, chicles, bebidas carbonatadas, bebidas dietéticas, jugos, néctares, entre otros. También en productos farmacéuticos por ser bactericida en pastas dentales, jarabes para la tos, medicamentos para personas diabéticas, etc.

Fuente: Alonso J.R, (2010).

Existen otros edulcorantes que son obtenidos de forma sintética, los cuales son representados en el cuadro N°3.8.

**CUADRO N° 3.8**

**EDULCORANTES NO CALÓRICOS O NO NUTRITIVOS DE ORIGEN SINTÉTICO.**

PRODUC-TO	DESCRIPCIÓN	USOS
<b>Sacarina</b>	Es casi 300 veces más dulce que el azúcar, no aporta energía, proporciona un sabor dulce intenso inmediato, pero deja un sabor residual intensamente amargo, es muy estable a los procesos de la industria de alimentos, no se le conoce ninguna interacción o reacción con otros alimentos, es 100% soluble en agua, Ingestión diaria admisible: 5 mg por kg de peso corporal.	Se emplea en varios alimentos y bebidas dietéticas.
<b>Ciclamatos</b>	Son 30 veces más dulces que el azúcar, proporcionan textura y sensación viscosa en la boca, por lo que se usan en mezclas con otros endulzantes que no tienen esta característica, sabor dulce limpio e intenso que se detecta de forma un poco retardada, el sabor es dulce residual ligero, ingestión diaria admisible: de 0 a 11 mg por kg de peso corporal.	En México, a partir de 2006 la Secretaría de Salud permitió de nuevo la utilización de ciclamatos en alimentos y bebidas no alcohólicas.
<b>Sucralosa</b>	Se considera 600 veces más dulce que el azúcar, posee un sabor dulce limpio, prolongado sabor dulce residual en la boca, se utiliza sola o en combinación con otros endulzantes, no aporta energía (calorías), muy estable en todos los procesos y condiciones utilizados en la industria de alimentos.	Se usa en bebidas refrescantes, néctares de frutas, concentrados de bebidas, edulcorantes de mesa, productos lácteos, de panificación, entre otros.
<b>Alitame</b>	Es 2,000 veces más dulce que el azúcar, sabor dulce limpio parecido al del Aspartame, proporciona 4 kilocalorías por gramo, pero por ser tan intensamente dulce se utiliza en cantidades muy bajas por lo que su contribución energética es insignificante.	Tiene muy pocas aplicaciones en la industria alimenticia debido a que no es muy estable a los procesos de la industria de alimentos como es el caso del horneado o la pasteurización.
<b>Neotame</b>	Es por lo menos 7,000 veces más dulce que el azúcar, por lo que su manejo es difícil por las cantidades extremadamente pequeñas que se utilicen, su perfil de sabor es muy similar al del Aspartame.	Es más estable que el Aspartame a diferentes niveles de pH y a altas temperaturas por lo que sirve como sustituto del azúcar para la elaboración de diferentes productos alimenticios combinado con otros aditivos.
<b>Aspartame</b>	Es cerca de 200 veces más dulce que el azúcar, sabor dulce intenso, de detección en la boca un poco retardada, deja un sabor dulce residual más intenso que el azúcar, que dura en la boca largo tiempo y en ocasiones se asocia a sabor metálico o extraño, poco estable a altas temperaturas y a ciertos valores de pH, puede reaccionar con otros componentes de los alimentos.	Se emplea en la gran mayoría de productos light como principal sustituto del azúcar (glucosa)
<b>Acesulfame potásico</b>	Es casi 200 veces más dulce que el azúcar, puede tener un sabor residual amargo en concentraciones altas, por lo que regularmente se usa en combinación con otros endulzantes. Muestra características de sinergia que al combinarse con otros endulzantes, mejoran las características de los componentes de la mezcla, rápida detección en la boca, muy estable a los procesos de la industria de alimentos, no proporciona energía (calorías).	Se usa en bebidas refrescantes, néctares de frutas, concentrados de bebidas, edulcorantes de mesa, productos lácteos, de panificación, pastas de dientes enjuagues bucales, y productos farmacéuticos entre otros.

Fuente: Snarff, (2006).

### **3.2.9 Importancia de los edulcorantes en la industria de alimentos**

Todos los edulcorantes, sean calóricos o no calóricos, tienen diferentes propiedades tanto físicas como químicas, su comportamiento en los alimentos es diferente, dependiendo la clase de alimento que se esté fabricando. Por ejemplo en refrescos y gelatinas no se tiene mayor problema sin embargo en alimentos como las galletas o mermeladas, el azúcar ejerce otras funciones por lo que es necesario emplear otros agentes para compensar tanto las pérdidas de volumen como otras propiedades funcionales propias de cada alimento elaborado. Esto plantea un grave problema en la industria de alimentos, por el aumento de los costos de producción, ya que el producto debe cumplir con los mismos requisitos de calidad y aceptabilidad dentro de los consumidores, como si se tratara de cualquier otro tipo de alimento.

Para que un edulcorante natural o artificial sea aceptado por la industria de alimentos, además de ser inocuo, el sabor dulce debe percibirse rápidamente y desaparecer también rápidamente y tiene que ser lo más parecido posible al del azúcar común, sin regustos. También tiene que resistir las condiciones del alimento en el que se va a utilizar, así como los tratamientos a los que se vaya a someter (Reartes, L., 2001) tomado de Méndez, F; Saravia, R. 2012

### **3.2.10 Propiedades de un edulcorante ideal**

Un edulcorante deberá satisfacer los siguientes requerimientos:

- a) Poseer el sabor dulce de la sacarosa, sin regusto.
- b) Bajo contenido calórico, referido a una misma base de poder edulcorante.

- c) Propiedades físicas similares a la sacarosa: resistencia a temperaturas elevadas y a los pH comunes en los alimentos, ser soluble en agua, poseer similares características de textura y viscosidad que la sacarosa en iguales condiciones, no ser higroscópico.
- d) Ser inerte con respecto a las sustancias presentes en la formulación de alimentos y no cambiar sus sabores.
- e) No ser tóxico por sí mismo, ni producir sustancias tóxicas por descomposición ni reacción.
- f) Ser estable y mantener sus características con el tiempo.
- g) No poseer propiedades carcinogénicas.

Realmente no existe ninguna sustancia que satisfaga todas estas condiciones, lo que en algunos casos se limitará el uso de un edulcorante para algunas aplicaciones o recurrir a mezclas de edulcorantes o al uso de aditivos. (Miquel, O, 1977) tomado de Méndez, F; Saravia, R. 2012

### **3.2.11 Estudio del mercado internacional y nacional de algunos edulcorantes calóricos o nutritivos (Secretaría de Economía de México, 2012)**

La evolución de la producción, consumo, precios internacionales y comercio de edulcorantes a nivel mundial, se analiza en el papel de los principales países productores y consumidores.

Por lo que se analiza la evolución de los rendimientos en campo y fábrica de Brasil, Estados Unidos y México para determinar su posición competitiva a nivel internacional. Adicionalmente, resulta necesario analizar el comportamiento del mercado del Jarabe de Maíz de Alta Fructosa y su relación con el mercado del azúcar.

Este producto, ha cobrado relevancia en el mundo como un producto sustituto del azúcar, tanto en el consumo de las familias como en los procesos industriales para la elaboración de alimentos y bebidas ya que desde su introducción hasta la fecha, ha venido ganando participación en el mercado de edulcorantes.

### **3.2.12 Mercado mundial de edulcorantes calóricos y no calóricos (Darío R., 1995).**

Análisis de la situación aproximada del mercado fines de la década de 1980 a la década de 2000.

- a) **Sacarina:** Es el edulcorante más utilizado. El consumo y la producción para el año de 1989 fue de 9,000,000 Kg. Al 2009 representa el 18,5% de consumo mundial.
- b) **Ciclamato:** Antes de su prohibición en EE.UU, se había constituido en el edulcorante más utilizado en volumen, ya que solamente en EE.UU, su producción había alcanzado los 9,500,000 kg/año. En la actualidad, se sigue produciendo en dicho país, pero en una escala reducida y para exportación. No se conoce el consumo mundial. El consumo en Europa alcanzó los 1,300,000 kg en 1982. Su precio fue de 9,90 U\$/kg. Al 2009 representa el 1.5% del mercado mundial.

- c) **Aspartame:** Se considera que su producción aproximada fue de 1.000,000 kg. en el año de 1983. Este volumen es considerable, teniendo en cuenta que la aprobación de uso era muy reciente, y con muchas limitaciones, en EE.UU, Gran Bretaña, Francia, Bélgica y otros países. Su precio en dicho año fue de 152 U\$/kg. De acuerdo a la figura 1.2, en el año 2009 representa el 30% de consumo en el mercado mundial.
- d) **Esteviósido:** En Japón en 1979, la producción y consumo fue de 140,000 kg. Aunque se consideraba que en dicho año el mercado japonés podía absorber 1,400,000 kg. equivalente al 10 % del consumo de sacarosa en poder edulcorante. En ese mismo año la producción mundial era de aproximadamente 700,000 kg. Incluyendo Japón, China Popular y Corea. No se cuenta con información oficial respecto a precios, pero se estima en alrededor de 120 U\$/kg (Marcavillaca, comunicación personal). Representado para el 2009 el 4% del mercado mundial.

En el 2009, el mercado total de edulcorantes de alto poder y bajo contenido calórico, es equivalente de 12 a 15 millones de kg de esteviósido por año. La conquista de una pequeña fracción de este volumen, por el esteviósido, representaría cifras significativas. A nivel mundial los principales productores de hoja seca son China y Paraguay; la planta es originaria de este último país, en Sudamérica se procesa en Brasil, Paraguay, Colombia y Argentina. A continuación se presenta la producción de hoja seca de algunos países a nivel mundial.

- a. Colombia: Producciones aproximadas a 10 toneladas de hoja por

hectárea anual.

- b. Bolivia: Se realizan hasta cuatro cosechas por año, logrando un rendimiento anual de 3,200 kg de hoja seca de Stevia.
- c. Brasil: solo cuenta con capacidad para unas 110 toneladas al año.
- d. Paraguay: contiene 2,000 hectáreas de Stevia.
- e. China: con nueve plantas industriales, y unas 25,000 hectáreas de cultivo de Stevia.

El Aspartame es el edulcorante de mayor consumo a nivel mundial empleado en la elaboración de productos de dieta y medicamentos, seguidos de la Sucralosa, la Sacarina, el Ciclamato y el Acesulfame K. Teniendo una gran aceptabilidad en el mercado mundial el edulcorante natural Stevia por sus propiedades nutricionales y medicinales.

### **3.2.13 Razones para el uso de edulcorantes**

Se busca un sustituto del azúcar por cuatro razones principales:

- Ayudar en la pérdida de peso: algunas personas escogen limitar su ingesta de energía reemplazando azúcar por edulcorantes que aportan poca o ninguna energía. Esto les permite consumir los mismos alimentos que normalmente consumían, mientras se pierde peso y evitan otros problemas asociados con el consumo excesivo de calorías.
- Cuidado dental: los sustitutos del azúcar son ideales para los dientes, puesto que no son fermentados por la microflora de la placa dental.

- **Diabetes mellitus:** las personas con diabetes tienen dificultad para regular sus niveles de azúcar sanguínea. Limitando el consumo de azúcar con edulcorantes artificiales, pueden disfrutar de una dieta variada mientras controlan su consumo de azúcar.
- **Hipoglicemia reactiva:** los individuos con hipoglicemia reactiva produce un exceso de insulina que es la absorción rápida de glucosa a la corriente sanguínea. Esto causa que sus niveles de glucosa sanguínea, caigan por debajo de la cantidad necesitada para la función adecuada del organismo y el cerebro. Como resultado, al igual que los diabéticos, estos pacientes deben evitar el consumo de alimentos que aumenten la glicemia y utilizar edulcorantes artificiales como una alternativa.
- **Evitar alimentos procesados:** algunos individuos pueden optar por sustituir la azúcar blanca refinada por una azúcar menos refinada, tal como jugo de frutas o jarabe de maple.

### **3.2.14 Propiedades y usos de la Stevia como edulcorante**

Las hojas secas de stevia contienen aproximadamente 42% de sustancias hidrosolubles siendo el principio activo más importante, el esteviósido. Además, contienen proteínas, fibra, hierro, fósforo, calcio, potasio, zinc, rutina, vitamina A y C.

- Algunos estudios indican que esta planta tiene actividad antibiótica, en especial frente las bacterias que atacan las mucosas bucales y los hongos que dan origen a la vaginitis en las mujeres. Por sus propiedades curativas, se utiliza también para contrarrestar la fatiga, y para combatir dolencias en el hígado, el páncreas y el bazo. En la medicina paraguaya se utiliza la Stevia rebaudiana como hipoglucemiante, digestivo, cardiotónico, diurético, hipotensor, vasodilatador, antiácido. También tiene

efectos beneficiosos en la absorción de grasas y en la presión arterial; revitaliza las células epiteliales y ayuda en la rápida cicatrización de las heridas. (Perfil tecnológico del cultivo de stevia)

- La Stevia rebaudiana puede ser de gran ayuda para aquellas personas que deben disminuir o controlar su ingesta de azúcares, como es el caso de los diabéticos tipo I, dado que este edulcorante no es metabolizado por el organismo. Esta sustancia permite mantener dentro de valores normales los niveles de glucosa en sangre, induciendo a las células beta del páncreas a producir importantes cantidades de insulina y como resultado, se podría pensar en la eliminación parcial o total de la insulina, en el caso de diabetes tipo II en pacientes adultos, para los cuales la ingesta de glúcidos no es tan importante como en pacientes jóvenes. Así mismo, podría ayudar a individuos que padecen obesidad, a equilibrar o disminuir su ingesta calórica facilitando la pérdida de peso.
- Es antioxidante y diurética; realza el aroma de las infusiones o alimentos; retarda la aparición de la placa de caries, cuando es usado en enjuagues bucales y pasta dental; puede ayudar en la desintoxicación del organismo debida al tabaquismo y al alcoholismo, al su infusión reducir el deseo hacia ambos tóxicos; mejora la resistencia frente a resfriados y gripes.
- Esta pequeña planta se emplea también como edulcorante de mesa, en la elaboración de bebidas, dulces, mermeladas, chicles, en pastelería, confituras, yogures, entre otros. También se puede encontrar en productos anti-envejecimiento, como geles de baño y espray para el rostro. El concentrado de la hoja, sobre base acuosa, es muy útil como cosmético. Cuando se aplica como una mascarilla facial produce un estiramiento y una suavidad efectiva de la piel, tensa las arrugas y ayuda en la cura

de varios problemas de la piel, entre ellos el acné, la seborrea, la dermatitis y el eczema.

- Se puede consumir en forma natural o en infusión, con un efecto antioxidante destacadísimo, seis veces mayor que el té verde.
- Por su probada eficacia limpiadora del sistema circulatorio, trata eficazmente, según documentación médica avalada por las universidades japonesas, artritis, ictus y apoplejías, alergias, hepatitis crónica, pericarditis, hipertensión, y las consecuencias diabéticas como disfunción eréctil, retinopatía diabética y pie diabético.
- En Japón el concentrado de esta planta se usa como alimento en la cría de animales como peces y en la agricultura en la obtención de frutas más dulces y grandes. Los residuos fermentados de la planta, son aplicados en terrenos donde su sobre explotación con agroquímicos, ha conducido a la infertilidad, recuperándolos en pocos años.

### **3.3 LOS ESTEVIÓSIDOS**

Las hojas de la *Stevia rebaudiana* contienen una mezcla de ocho glicósidos diterpénicos (entre los que se encuentran principalmente el esteviósido y el rebaudiósido). El esteviósido es un edulcorante natural no nitrogenado extremadamente dulce. En estado puro es 300 veces más dulce que la sacarosa.

Entre sus propiedades físico-químicas deseables para la elaboración de alimentos podemos destacar:

#### **3.3.1 Propiedades físico-químicas del esteviosido**

- Elevada estabilidad térmica, rango de fusión de 192 a 210 °C

- Estable en un amplio rango de pH, de 3 a 9 a temperaturas elevadas como 100 °C, más allá de pH 12 pierde dulzor
- Absorbe en luz UV
- Rotación específica 38.6 °
- Soluble en agua fría y caliente
- No fermentable
- Sinergismo con apártame, glucosa, fructosa y sacarosa

Su estructura no se modifica por su exposición a altas temperaturas y por lo tanto no pierde su poder edulcorante. Es apto para alimentos calientes u horneados. Es estable a temperaturas normales empleadas en el procesamiento de los alimentos: pasteurización, esterilización, cocción. Es altamente soluble en agua y en soluciones hidroalcohólicas. Es estable en un rango amplio de pH, 3 a 9, aun a 100 °C. Por encima de pH 9 se produce una rápida pérdida del dulzor, no obstante pocos alimentos muestran valores de pH > 9. En bebidas gasificadas que incluyen en su composición ácido cítrico y fosfórico, se detectan pérdidas de dulzor del 36% y 17%, respectivamente, cuando se almacena a 37 °C.

No aporta calorías.

Por sus características físico-químicas y toxicológicas permite su inclusión en la dieta humana para ser utilizada como un edulcorante dietético natural, sin efectos colaterales.

El código Alimentario Argentino (1993) en un su artículo N°1398 inc. 64.3 (Resol.101. 22/02/93). Define al esteviósido como:” polvo blanco cristalino, inodoro, no

higroscópico, no fermentescible, de sabor dulce aun en soluciones muy diluidas, 300 veces más dulces que la sacarosa, muy solubles en agua”

Pureza total	:	mínimo 90% como esteviósidos totales.
Esteviosido	:	mínimo 50%
Rebaudiosido A	:	mínimo 30%
Rebaudiosido B	:	no detectable
Dulcosido A	:	no detectable
Esteviolviósidos	:	no detectable
Esteviol e isoesteviol	:	no detectable

La posibilidad de exportación ha incrementado el interés de esta especie por parte de los productores. Sin embargo, el principal obstáculo para su comercialización es, además de su retorsabor, su costo de producción.

### **3.3.2 Métodos de Extracción del esteviosido y rebaudiosido A**

Hay gran cantidad de métodos patentados para la extracción del esteviósidido (Ver Anexo 01), los cuales se pueden clasificar en aquellos basados en:

- Solventes (Haga, 1976; Bondarev, 2001; Morita, 1978)
- Procesos de membrana (Kutowy, 1999; Wea-Shang Fuh, 1990)
- Adsorción cromatográfica (Itagaki, 1979; Dobberstein, 1982; Kolb, 2001)
- Intercambio iónico (Uneshi, 1977; Giovanetto, 1988; Payzant, 1999)
- Precipitación selectiva (Matsushita y Kitahara, 1981; Kumar, 1986)
- Fluidos supercríticos (Kienle, 1992)

- Método con alcohol isobutilico(MERCK P.A.99,9959)Álvarez (1984) y Goto(1977), Reaño; Gonzáles: 2007.

El presente trabajo se basa en la patente americana N° 4892938 (giovanett) con algunas variantes que reporta un método para la "recuperación de esteviosidos a partir de la planta seca de Stevia reaudiana por extracción y purificación .Un extracto es obtenido mediante tratamientos en agua a temperaturas que van desde el medio ambiente hasta más o menos 65 °C con agitación y una subsiguiente filtración o centrifugación. Este extracto es tratado con hidróxido de calcio, después de los cual se obtiene un precipitado por medio de filtración o centrifugación este precipitado es tratado con una resina de intercambio iónico de alta acidez y seguidamente con una resina de intercambio iónico de baja basicidad, filtrado y secado"(Anexo 01).

Además también se tomó como base el flujo planteado por Cernadas y Pryluka (1985.a). Tomado por Méndez et al 2012.

La patente USA cuyos autores son Jeffrey C. Evans, St. Michel, MN(US); Alan S. Myerson, Chicago, IL(US) et al (Anexo 01) Cuyo título es "Método de producción de compuestos de rebaudiosido A purificado con el uso de cristalización solvente/antisolvente"

Es una inventiva provee métodos para la purificación de rebaudiosido A, a partir de una mezcla que consta de glucósidos provenientes de la planta de stevia rebaudiana. El método es útil para la preparación de composiciones altamente puras de rebaudiosido A, a partir de componentes iniciales de stevia que son típicamente considerados bajos en concentraciones de rebaudiosido A. Las composiciones

altamente puras de rebaudiosido A son útiles como endulzantes no calóricos en composiciones masticables o comestibles como comidas, bebidas, medicina, dulces, chicles, y otros

El método consiste en la purificación de rebaudiosido A a partir de glucosidos obtenidos por extracción de la stevia rebaudiana mediante tecnología de cristalización solvente/antisolvente. La patente ha sido publicada el 22 de abril de 2010, por lo que el uso es restringido previo abono por los derechos de autor. El uso de cristalizadores continuos son necesarios ya que el proceso tiene varias etapas hasta la purificación total. Por lo que esta patente no se utilizó en este trabajo.

### **3.4 COLUMNAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

El intercambio iónico es un proceso que permite la separación de iones y moléculas polares basadas en las propiedades de carga de las moléculas. Puede ser usada en casi cualquier tipo de molécula cargada, incluyendo grandes proteínas pequeños nucleótidos y aminoácidos. La solución que debe inyectarse es usualmente llamada "muestra" y los componentes separados individualmente son llamados analitos. Es usada a menudo en purificación de proteínas, análisis de agua o control de calidad y otros.

#### **3.4.1 Resinas de intercambio iónico (Anexo 03)**

##### **3.4.1.1 Definición**

Las resinas de intercambio iónico son materiales sintéticos, sólidos e insolubles en agua, que se presentan en forma de esferas o perlas de 0,3 a 1,2 mm de tamaño efectivo, aunque también las hay en forma de polvo.

Están compuestas de una alta concentración de grupos polares, ácidos o básicos, incorporados a una matriz de un polímero sintético (resinas estirénicas, resinas acrílicas, etc.) y actúan tomando iones de las soluciones (generalmente agua) y cediendo cantidades equivalentes de otros iones. La principal ventaja de las resinas de intercambio iónico es que pueden recuperar su capacidad de intercambio original, mediante el tratamiento con una solución regenerante.

#### **3.4.1.2. Proceso de intercambio iónico**

El intercambio iónico es una reacción química reversible, que tiene lugar cuando un ión de una disolución se intercambia por otro ión de igual signo que se encuentra unido a una partícula sólida inmóvil. Este proceso tiene lugar constantemente en la naturaleza, tanto en la materia inorgánica como en las células vivas.

Las resinas de intercambio iónico poseen un radical fijo y un ión móvil o ión de sustitución. El ión móvil es el ión que es intercambiado por iones que desean eliminarse de la solución y este intercambio sólo funciona entre iones de igual carga eléctrica: cationes por cationes y aniones por aniones.

En general las resinas de intercambio iónico operan en columnas, para favorecer el proceso de intercambio, parecido a la destilación o la destilación en bandejas. La reacción de intercambio se desplaza en el lecho de resina, generalmente hacia los niveles inferiores.

#### **3.4.1.3 Tipos de resinas de intercambio iónico**

Las resinas de intercambio iónico pueden ser de los siguientes tipos:

**a. Resinas catiónicas de ácido fuerte**

- Resinas catiónicas de sodio: eliminan la dureza del agua por intercambio de sodio por el calcio y el magnesio.
- Resinas catiónicas de hidrógeno: pueden eliminar todos los cationes (calcio, magnesio, sodio, potasio, etc.) por intercambio con hidrógeno.

**b. Resinas catiónicas de ácidos débiles:** eliminan los cationes que están asociados con bicarbonatos

**c. Resinas aniónicas de bases fuertes:** eliminan todos los aniones. Su uso se ha generalizado para eliminar aniones débiles en bajas concentraciones, tales como: carbonatos y silicatos.

**d. Resinas aniónicas de base débil:** eliminan con gran eficiencia los aniones de los ácidos fuertes, tales como sulfatos, nitratos y cloruros

## IV. MATERIALES Y MÉTODOS

### 4.1 EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

#### Equipos

- Balanza analítica
- Secador de bandejas
- Balanza de humedad
- Molino de martillo
- Serie de tamices
- Agitador de ancla
- Phmetro Beckman
- Columnas de intercambio iónico preparadas en tubo PVC
- Columnas de carbón activado en tubo PVC
- Bomba de 1/8 de PH
- Filtro de placas
- Marmitas de acero inoxidable
- Rotavapor
- Atomizador de laboratorio LABTEX

#### Materiales

- Hojas secas de stevia
- Vasos de precipitado
- Baldes de plástico
- Lienzo para filtro
- Carbon activado

## Reactivos

- Acohol 96%
- Resinas de intercambio ionico de ácido fuerte
- Resinas de intercambio ionico de base fuerte
- Hidróxido de calcio
- Carbonato de calcio
- Acido clorhidrico
- Hidróxido de sodio
- Acido cítrico

## 4.2 DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS Y MATERIALES:

### Balanza Analítica



Para pesar los reactivos como el carbonato de calcio, hidróxido de sodio y otros

### Balanza Ohaus



Para pesar las hojas y tarar los recipientes.

**DESECADOR**

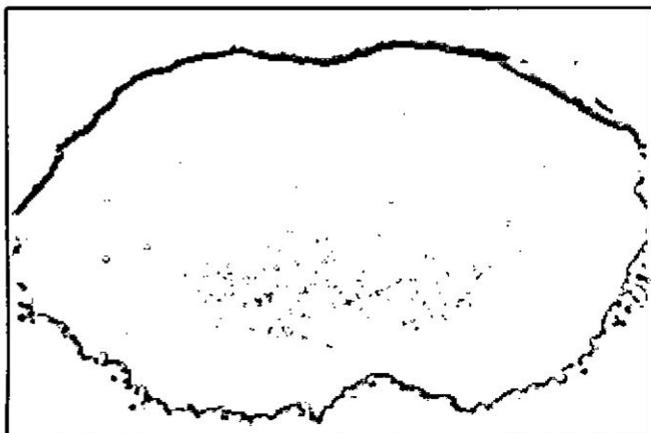


**Phmetro portátil**

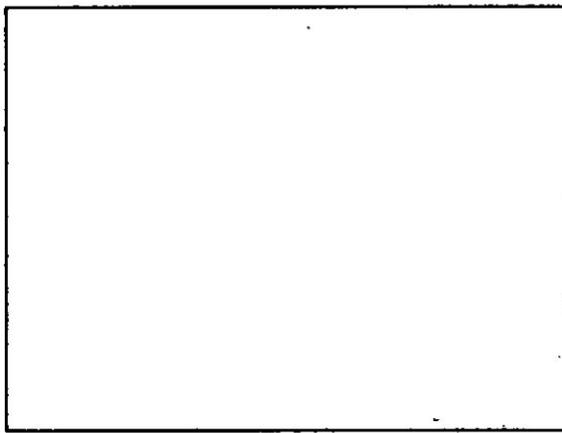
Para medir el pH del extracto



**FOTO N° 4.1 : RESINA CATIONICA**



**FOTO N° 4.2 : RESINA IÓNICA**

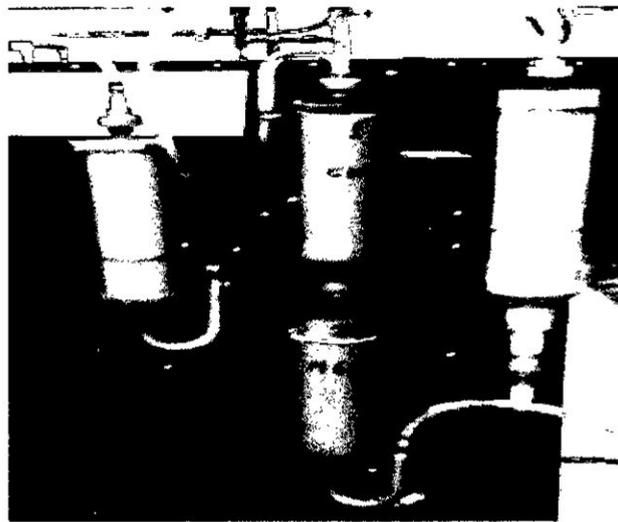


### **Columnas de intercambio iónico**

Preparadas en tubo PVC de 2 pulgadas de diámetro

**Columnas de carbón activado** en tubo PVC de 2" de diámetro

**FOTO N° 4.3 : COLUMNAS DE INTERCAMBIO IONICO**



### **Hojas de Stevia (Stevia Rebaudiana Bertoni) seca**

Las hojas de stevia seca con una humedad de 4 %

**Aspecto Físico:** hojas secas verdes amarillentas conteniendo glucósidos que se hacen pasar por el molino de martillo para reducir el tamaño hasta malla 35(0,500mm)

**FOTO N° 4.4: MOLINO DE MARTILLO Y HOJA MOLIDA**



## **4.3 MÉTODOS Y PROCEDIMIENTOS**

### **4.3.1 Obtención de las hojas de stevia**

Las hojas de stevia seca son provenientes del fundo campoverde ubicado en el caserío Ricardo Palma, Yarinacocha región Ucayali (DIAZ,2012), las cuales se han secado al medio ambiente por un periodo aproximado de 3 días bajo sombra y con remoción permanente.

### **4.3.2 Extracción de esteviosidos**

#### **4.3.2.1 Metodología de obtención del extracto crudo (solución madre)**

En la actualidad se mencionan varios métodos empleados para la extracción de los glicósidos, dando a conocer muchas técnicas capaces de aislar estos componentes que son los responsables de aportar a los productos finales el nivel de dulzor buscado.

Sin embargo, los procedimientos más eficientes, hacen uso de tecnologías de elevado costo o de difícil acceso como las patentes mostradas en el Anexo 01. Para contrarrestar esta situación, se han realizado investigaciones sobre los diversos procedimientos de extracción de menor costo y con equipos que pueden implementarse en el LOPU, logrando rediseñar las marchas a los equipos y sustancias disponibles dando lugar a un diseño que proporcionó parámetros controlados. El presente trabajo tiene como base la patente americana N° 4892938 (Giovanello) con algunas variantes que reporta un método para la "recuperación de esteviosidos a partir de la planta seca de stevia rebaudiana por extracción y purificación. Un extracto es obtenido mediante tratamientos en agua a temperaturas que van desde el medio ambiente hasta más o menos 65 °C con agitación y una

subsiguiente filtración o centrifugación. Este extracto es tratado con hidróxido de calcio, después de lo cual se obtiene un precipitado por medio de filtración o centrifugación. Este precipitado es tratado con una resina de intercambio iónico de alta acidez y seguidamente con una resina de intercambio iónico de baja basicidad, filtrado y secado" (Anexo N° 01). Además también se tomó como base el flujo planteado por Cernadas y Pryluka (1985.a), No se utilizó la patente de Evans por que la patente presenta un método de purificación de rebaudiosido A, mas no de extracción y el uso de la patente es todavía restringido.

En la extracción se consideró aspectos como:

Solvente: orgánico (alcohol 96 %) y agua.

Tamaño de partícula(tamiz N° 30(0,592mm. Serie fina)

Relación materia prima- solvente(1:10)

Tiempo y temperatura de extracción(20 horas y 60°C).

Se desarrollaron las siguientes operaciones:

Extracción: Se realizó mediante una maceración a temperatura ambiente de 0,500 Kg de hojas secas de stevia molida (0,592mm) con solución alcohólica (m.p.: agua, 1:10), 30 g. de  $\text{CaCO}_3$  (6% respecto a la m.s. durante 20hrs. Con agitación.

#### FOTO N° 4.5: HOJAS MOLIDAS DE STEVIA



Fuente: Elaboración propia

Filtración: se retiró la materia orgánica utilizando un paño de trama fina; el sólido se lavó y el agua de lavado se incorpora al extracto, luego se filtró con el filtro de placas para separar los sólidos suspendidos.

Concentración: el extracto obtenido se concentra hasta reducir el volumen al 20% del volumen inicial. Esta operación realiza a temperatura de 40-50°C utilizando una estufa.

Purificación: se precipitó las impurezas con 10g de óxido de calcio y 10 g de ácido cítrico, por 8 horas, luego el precipitado se separa por filtrado obteniendo una solución madre. De la solución obtenida se separó una porción que se utilizó para secarlo por atomización, y obtener los esteviosidos en polvo.

El resto de la solución madre se hizo pasar por una columna de carbón activado para aclarar la solución, se purificó mediante columnas de intercambio iónico, fluyendo primero a través de resina acida fuerte (S-100) y después resina básica débil (A-600); con caudal de ingreso y salida de 10mL/min.; estas resinas antes de ser utilizadas son regeneradas de acuerdo a lo que se indica su correspondiente ficha técnica.

Precipitación con etanol: esta operación se realiza a fin de precipitar el esteviósido. El esteviosido de la solución madre es retenido en las resinas, de las cuales se extrae mediante lavado de solución alcohólica, para luego pasar a la etapa de evaporación y secado

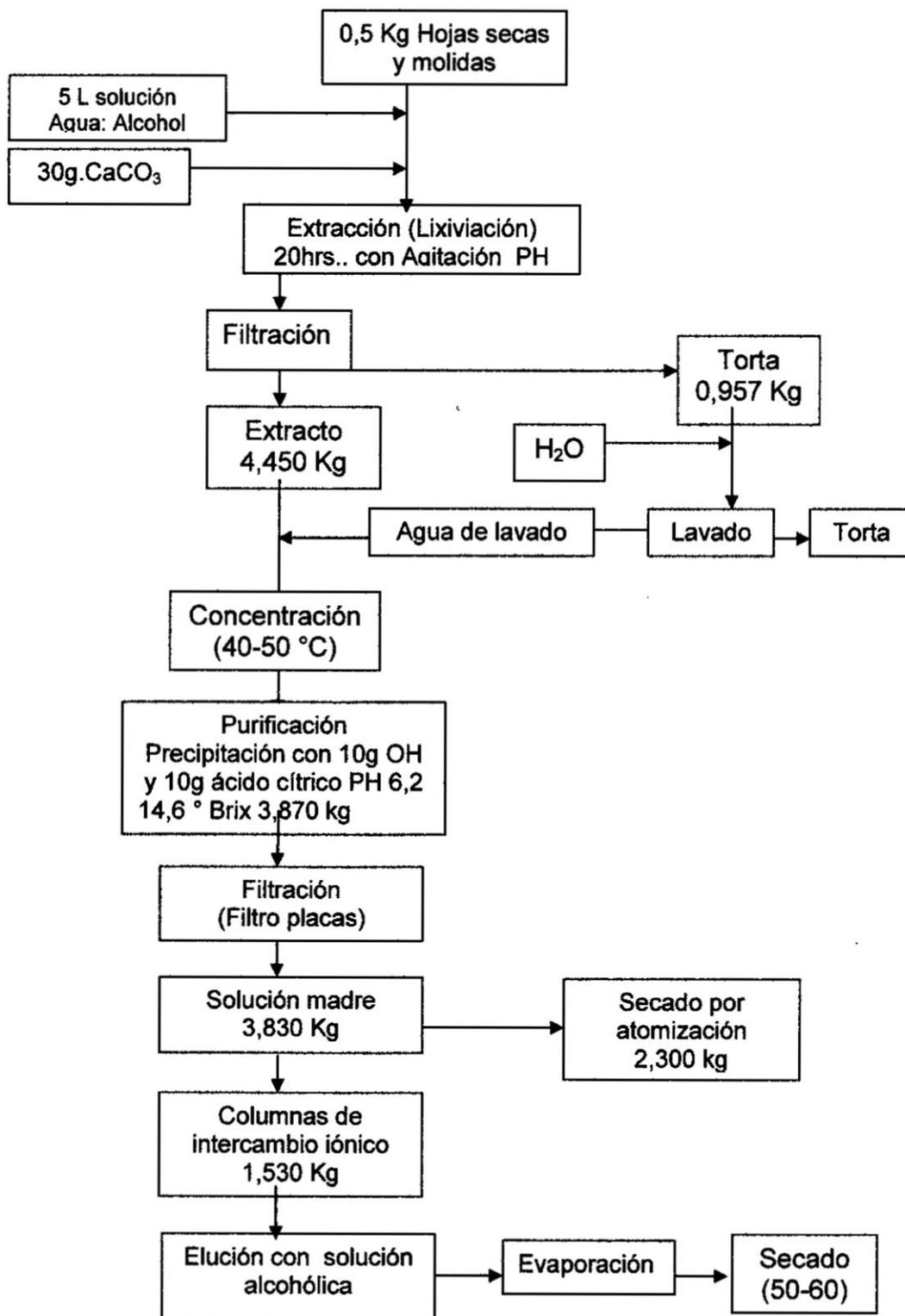
Secado: esta operación se realizó en estufa con aire a 50-60°C.

#### **4.3.2.2 Obtención de esteviósidos en polvo por secado por atomización**

De la solución madre se separa una parte para realizar tres pruebas de secado por atomización. Con el atomizador LABTEX.

La solución madre se acondiciona para el proceso de atomización. Se pesó y determinó su densidad y ° brix, se concentró con rotavapor a presión de vacío de -850mbar y a 70 °, El concentrado se pesó y se mezcló con maltodextrina 10% en peso ,se pasó por el atomizador ,las tres muestras con los mismos condiciones de operación, Temperatura del aire 180 °C, velocidad del aire del equipo 8 ,velocidad de alimentación 1 y a una presión de 1,3 bar.

**FIGURA N° 4.1: DIAGRAMA DE FLUJO DE EXTRACCIÓN DE ESTEVIOSIDOS Y REBAUDIOSIDO A CON COLUMNAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

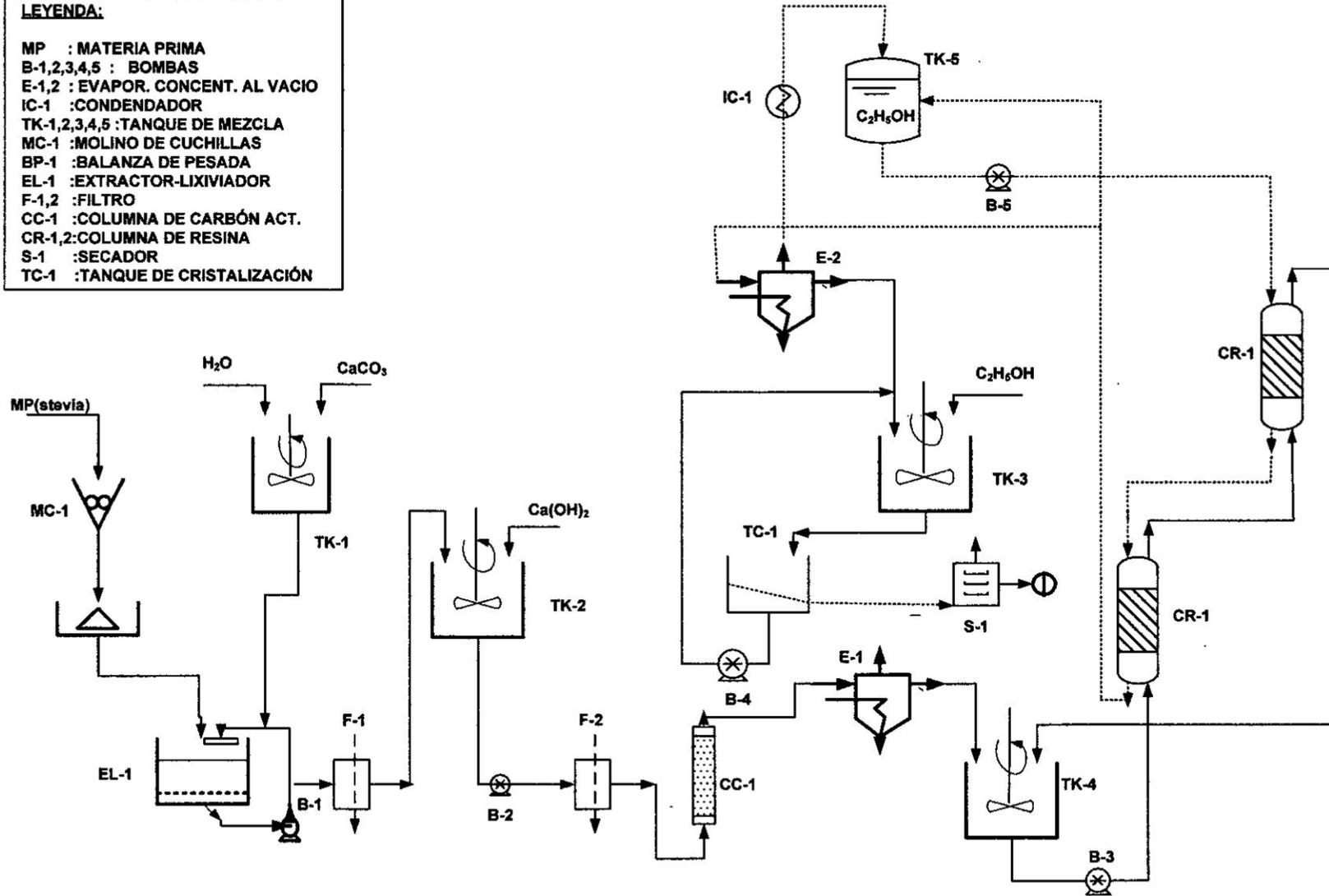


Fuente: Elaboración propia.

FIGURA N° 4.2 : DIAGRAMA DE PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ESTEVIOSIDO Y REBAUDIOSIDO DE LA HOJA DE STEVIA REBAUDIANA BERTONI PROYECTADO PARA UNA PLANTA PILOTO

**LEYENDA:**

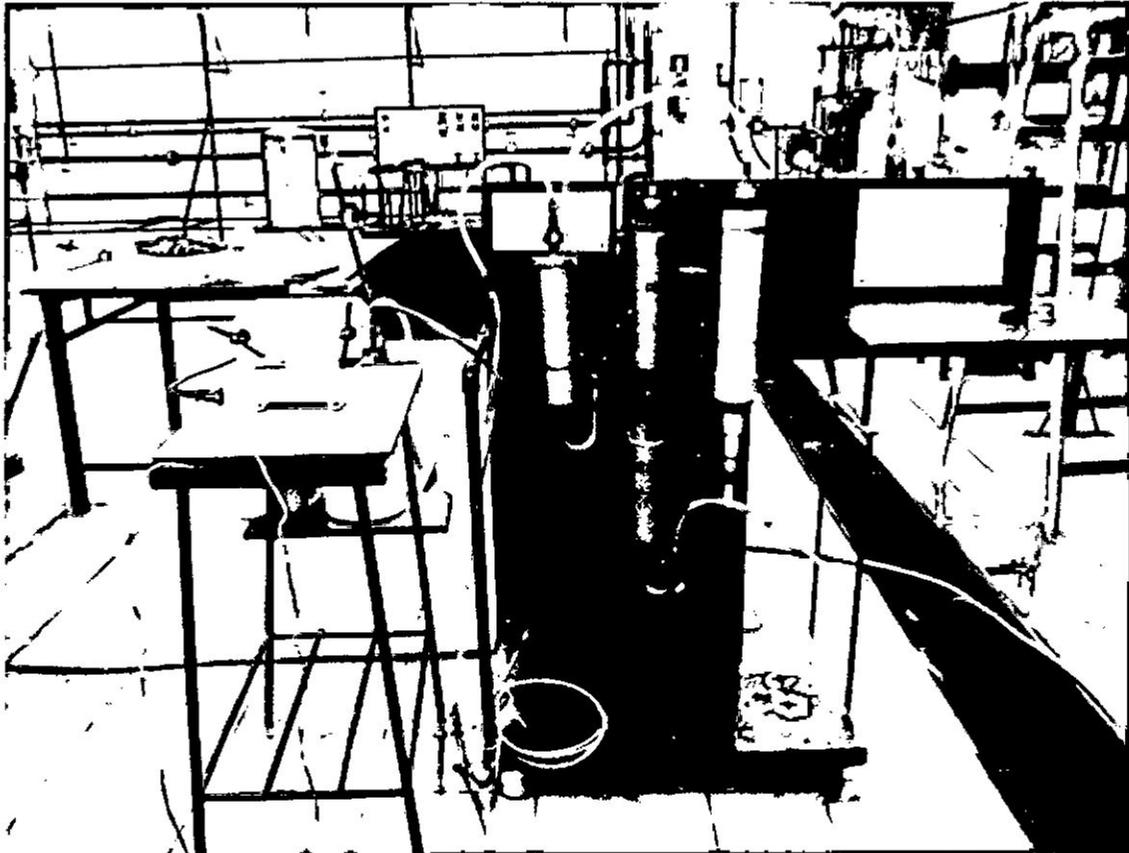
MP	: MATERIA PRIMA
B-1,2,3,4,5	: BOMBAS
E-1,2	: EVAPOR. CONCENT. AL VACIO
IC-1	: CONDENSADOR
TK-1,2,3,4,5	: TANQUE DE MEZCLA
MC-1	: MOLINO DE CUCHILLAS
BP-1	: BALANZA DE PESADA
EL-1	: EXTRACTOR-LIXIVIADOR
F-1,2	: FILTRO
CC-1	: COLUMNA DE CARBÓN ACT.
CR-1,2	: COLUMNA DE RESINA
S-1	: SECADOR
TC-1	: TANQUE DE CRISTALIZACIÓN



69

Fuente: Elaboración propia

**FOTO N° 4.6: EQUIPO DE EXTRACCION INSTALADO EN EL LABORATORIO DE  
OPERACIONES Y PROCESOS UNITARIOS**



## V. RESULTADOS

### 5.1 DETERMINACION DE HUMEDAD DE LAS HOJAS

Para la determinación de la humedad de las hojas de stevia secas se utilizó el método AOAC: 1995 se pesó 5g de muestra, se secó a 60°C y se llevó a peso constante, luego se determinó la pérdida de peso y se realizó el cálculo respectivo. La humedad de las hojas es importante para facilitar la molienda, si las hojas están húmedas deben secarse.

**CUADRO N° 5.1**

#### **DETERMINACION DE LA HUMEDAD DE LAS HOJAS DE STEVIA ANTES DE LA MOLIENDA**

<b>Muestra de hoja seca 5 gramos/prueba</b>	<b>Perdida en Peso ( gr )</b>	<b>% Humedad Inicial de hojas 8 %</b>
Prueba 01	0,25	5,0
prueba 02	0,245	4,9
Prueba 03	0,23	4,6
Prueba 04	0,21	4,2

Fuente: Elaboración propia

Para cada humedad obtenida se probó la molienda, pudiéndose moler fácilmente cuando la hoja contiene una humedad de 4,2%

### 5.2 PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN DEL EXTRACTO DE STEVIA REBAUDIANA BERTONI

Para la determinación de la caracterización del extracto se tabularon los datos y resultados obtenidos de las pruebas 1, 2, 3 para cada etapa durante la extracción del edulcorante midiendo los parámetros de operación para obtener su respectiva caracterización y el análisis de los resultados.

**CUADRO N° 5.2**

**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE MEZCLADO PARA LA  
OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.**

PRUEBA		PESO A LA ENTRADA DE MEZCLADO (Kg)	TIEMPO (Hora)	TEMPERATURA (°C)	PESO A LA SALIDA DE MEZCLADO (Kg)
Prueba 1	Stevia	0,500	20	25	0,500
	Agua: alcohol relación 2:1 en peso	5,000	20	25	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	20	25	0,030
Prueba 2	Stevia	0,500	20	25	0,500
	Agua: alcohol relación 2:1 en peso	5,000	20	25	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	20	25	0,030
Prueba 3	Stevia	0,500	20	25	0,500
	Agua: alcohol relación 2:1 en peso	5,000	20	25	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	20	25	0,030

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.3:**  
**AUMENTO DE TEMPERATURA EN LA ETAPA DE LIXIVIACIÓN PARA LA**  
**OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA**

PRUEBA		PESO A LA ENTRADA DEL CALENTAMIENTO (Kg)	TIEMPO (minutos)	TEMPERATURA (°C)	PESO A LA SALIDA DEL CALENTAMIENTO (Kg)
Prueba 1	Stevia	0,500	30	60	0,500
	Agua: alcohol relación 2:1 en peso	5,000	30	60	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	30	60	0,030
Prueba 2	Stevia	0,500	30	65	0,500
	Agua: alcohol relación 2:1 en peso	5,000	30	65	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	30	65	0,030
Prueba 3	Stevia	0,500	30	70	0,500
	Agua: alcohol relación 2:1 en peso	5,000	30	70	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	30	70	0,030

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.4**  
**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE TAMIZADO PARA LA**  
**OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.**

PRUEBA		TEMPERATURA (°C)	PESO A LA SALIDA DEL TAMIZADO (Kg)
Prueba 1	Sólido	25	0,957
	Líquido	25	4,450
Prueba 2	Sólido	25	0,959
	Líquido	25	4,420
Prueba 3	Sólido	25	0,959
	Líquido	25	4,360

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.5**  
**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE PRECIPITADO PARA LA**  
**OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.**

Prueba		Tiempo horas	Temperatura (°C)	Peso de ácido cítrico (Kg)	peso de Hidróxido de Calcio Ca(OH) <sub>2</sub> (Kg)	peso a la salida del filtro (Kg)	pH inicial	pH final
Prueba 1	Sólido	8	25	0,010	0,010	0,112		
	Líquido	8	25	-	-	3,758	13,6	6,2
Prueba 2	Sólido	8	25	0,010	0,010	0,133		
	Líquido	8	25	-	-	3,700	13,4	7,3
Prueba 3	Sólido	8	25	0,010	0,010	0,122		
	Líquido	8	25	-	-	3,798	13,2	7,8

Fuente: Elaboración propia

### 5.3 DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE CALIDAD DEL EXTRACTO

Para la determinación de los parámetros de control de calidad de extracto obtenido a base de stevia, se consideraron factores fisicoquímicos, sensoriales

#### a. Determinación del peso total del extracto (solución madre)

**Peso del extracto** = peso de la fase líquida a la salida del filtro

**CUADRO N° 5.6: PESO DE EXTRACTO**

PRUEBA	PESO DE EXTRACTO (solución madre) Kg
<b>01</b>	3,830
<b>02</b>	3,700
<b>03</b>	3,798

Fuente: Elaboración propia

### b. Determinación de la densidad ( $\rho$ ) del extracto

Para medir la densidad de los extractos se optó por utilizar la siguiente fórmula.

$$\rho = \frac{\text{Masa de extracto}}{\text{Volumen de extracto}} = \frac{95 \text{ g}}{100 \text{ cm}^3} = 0,950 \text{ g/cm}^3$$

**CUADRO N° 5.7 : DENSIDAD DEL EXTRACTO**

<b>PRUEBA</b>	<b>DENSIDAD DEL EXTRACTO (solución madre) Kg/L</b>
01	0,950
02	1,012
03	1,095

Fuente: Elaboración propia

### c. Determinación de los °Brix y del pH del extracto para cada una de las pruebas.

Los °Brix se midieron a través de un refractómetro de la marca ABBE y el pH por medio de un pH metro portátil.

**CUADRO N° 5.8**

**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA MEDICIÓN DEL PESO TOTAL DEL EXTRACTO, LOS °BRIX Y EL pH PARA EL EXTRACTO DE STEVIA.**

<b>PRUEBA</b>	<b>PESO DE EXTRACTO (solución madre) Kg</b>	<b>pH DEL EXTRACTO</b>	<b>° BRIX DEL EXTRACTO</b>	<b>DENSIDAD (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>Prueba 1</b>	3,830	6,2	14,6	0,950
<b>Prueba 2</b>	3,700	7,3	14,2	1,012
<b>Prueba 3</b>	3,798	7,8	14,5	1,095

Fuente: Elaboración propia

#### d. Determinación de la masa de entrada

**Masa de entrada** = masa de Stevia + masa de H<sub>2</sub>O + masa de CaCO<sub>3</sub> +  
masa de ácido cítrico + masa de Ca(OH)<sub>2</sub>

**Masa de entrada prueba 1** = (0,500 + 5,000 + 0,030 + 0,010 + 0,010) Kg = 5,550Kg

**CUADRO N° 5.9**  
**MASA DE ENTRADA PARA CADA UNA DE LAS PRUEBAS.**

COMPONENTES	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Masa Stevia (Kg)	0,500	0,500	0,500
Masa CaCO <sub>3</sub> (Kg)	0,030	0,030	0,030
Masa: H <sub>2</sub> O + alcohol (Kg)	5,000	5,000	5,000
Masa C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> (Kg)	0,010	0,010	0,010
Masa Ca(OH) <sub>2</sub> (Kg)	0,010	0,010	0,010
Masa Total (Kg)	5,550	5,550	5,550

Fuente: Elaboración propia

#### e. Determinación del rendimiento del extracto a base de Stevia

Para la determinación del rendimiento se utilizó el concepto del producto de interés obtenido entre el total de materia prima y reactivos entrando al proceso de extracción. Además se calculó el porcentaje de los materiales residuales obtenidos durante todo el proceso.

$$\text{Rendimiento de Extrac.} = \frac{\text{Masa de extracto}}{\text{Masa de entrada}} \times 100 = \frac{3,830 \text{ Kg}}{5,550 \text{ Kg}} \times 100 = 69,0\%$$

El rendimiento porcentual se utiliza para calcular la cantidad que se obtiene de un producto deseado (Raymond E. 2008).

$$\% \text{ Pérdidas} = 100\% - 69,0 = 31,0 \%$$

El rendimiento de extracción es de 69,0% y pérdidas de 31,0%

## Determinación del rendimiento del esteviosido en polvo

De la masa del extracto o solución madre se ha separado 2,300Kg para las pruebas de secado por atomización, quedando 1,530 Kg ; 1,400Kg y 1,498 Kg para cada prueba de extracción por columnas de intercambio iónico.

La solución primero se hizo pasar por la columna de carbón activado y luego por las columnas catiónicas de ácido fuerte y la columna aniónica de base débil.

Las columnas se lavaron con 1,800 Kg de solución alcohólica, extrayendo el esteviosido y el rebaudiósido A. Del lavado de las columnas se recibió 1,162Kg de solución, se evaporó y se secó a 50-60 °C , se obtuvo 19,84g de esteviosidos. De acuerdo a la proporción; la solución madre debe tener 72g, 68,18g y 67,05g de esteviosido en polvo respectivamente, que representan el 14,4 % ; 13,63% y 13,41% en peso en relación a la masa de hoja empleada.

$$\text{Rendimiento de esteviosido} = \frac{\text{Masa de esteviosido}}{\text{Masa de hoja entrada}} \times 100 = \frac{0,072 \text{ Kg}}{0,500 \text{ Kg}} \times 100 = 14,40\%$$

Lo cual se consideró que es un rendimiento óptimo, teniendo en cuenta que el análisis realizado en las hojas de stevia reportan en el informe de investigación: "Estudio Experimental para la determinación del rendimiento de esteviosido en las hojas de stevia Revaudiana Bertoni en el caserío Ricardo Palma" un rendimiento de 18% de esteviosido.

**CUADRO N° 5.10**  
**PORCENTAJE EN PESO DE POLVO DE ESTEVIOSIDO RESPECTO AL PESO**  
**DE HOJA DE STEVIA**

	Masa de concentrado Kg	Masa de concentrado que ingresa a la columna de intercambio iónico	Masa de polvo de esteviosido producido	% en peso de esteviosido respecto al peso de hoja de stevia
<b>Prueba 1</b>	3,830	1,530	19,84	14,40
<b>Prueba 2</b>	3,700	1,400	17,20	13,63
<b>Prueba 3</b>	3,798	1,498	17,10	13,41

**5.4 DETERMINACIÓN DE ESTEVIOSIDO EN POLVO POR**  
**ATOMIZACIÓN**

**Muestra: Extracto Hidroalcohólica de Stevia**

Volumen inicial = 700 ml

Peso inicial = 769,7g

°Brix inicial = 12,5 °Brix

Densidad = 1,0996

**FOTO N° 5.1**  
**SOLUCIÓN MADRE**



**Concentrado en rotavapor**

Condiciones de Operación:

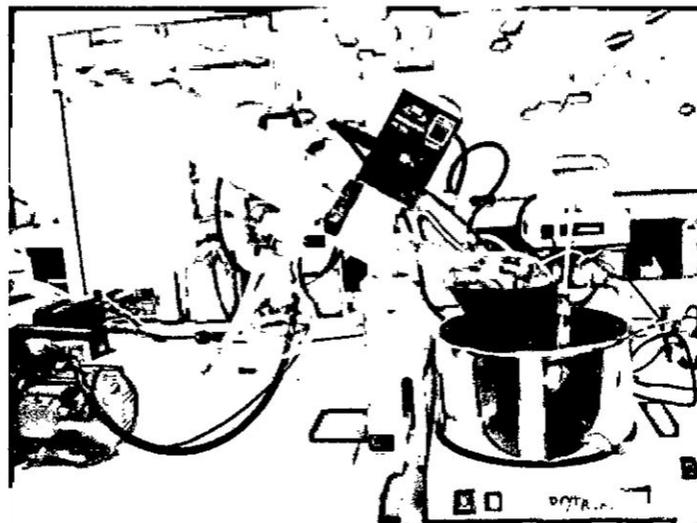
Temperatura = 70°C

Presión de vacío = - 850mbar

Velocidad de rotación = 4

Tiempo de concentrado = 2hr

**FOTO N° 5.2 ROTAVAPOR**



*DH*

**Resultado del Concentrado:**

Volumen Condensado = 400 ml

Volumen Concentrado = 273 ml

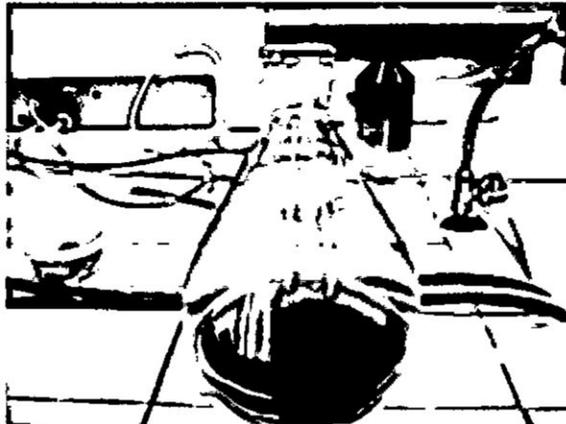
Peso concentrado = 263,1g

Brix concentrado = 17,8 °Brix

**FOTO N° 5.3 : VOLUMEN DE CONDENSADO**



**FOTO N° 5,4: VOLUMEN DE CONCENTRADO**



**PREPARACION DE LA MUESTRA ANTES DEL ATOMIZADO**

Peso concentrado = 231,1 g

Peso Maltodextrina (10%) = 26,31g

Mezcla:      Peso al ingreso del atomizador (total) = 289,41g

Agitación constante = 15min

**FOTO N° 5.5 : AGITACIÓN DE LA MEZCLA**



**ATOMIZADO**

**Condiciones de Operación**

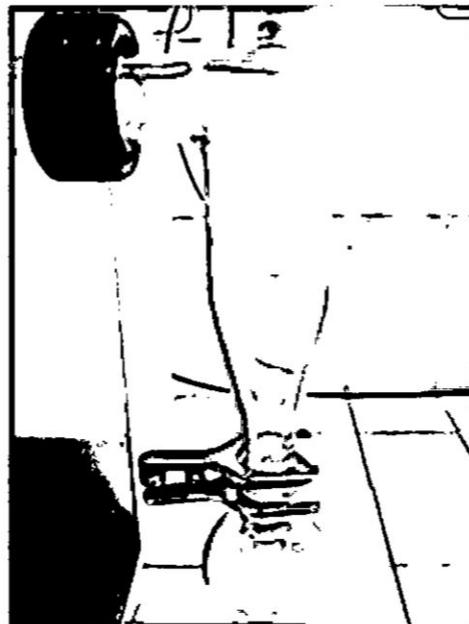
$^{\circ}T_{\text{aire}} = 180^{\circ}\text{C}$

Velocidad  $_{\text{aire}} = 8$

Velocidad  $_{\text{alimentación}} = 1$

Presión = 1,3 bar

**FOTO N° 5.6 : ATOMIZACIÓN**



## Resultados del Atomizado

Peso de Polvo final = 22,6 g

Humedad de polvo final = 6,31 %

$$\text{Rendimiento del Atomizado} = \frac{\text{Peso de Polvo final}}{\text{Peso al ingreso del atomizador}} \times 100\%$$

$$\text{Rendimiento del Atomizado} = \frac{22,6 \text{ g}}{289,41 \text{ g}} \times 100\% = 7,8\%$$

El producto obtenido es un polvo de color blanco-crema, de un sabor fuertemente dulce, que en lapso de 10 días se rehidrató adquiriendo un color verde oscuro no aceptable a la vista con olor característico a hierba, lo que podríamos decir que se puede utilizar para comprimidos.

### CUADRO N° 5.11

#### RENDIMIENTO DE POLVO DE STEVIA SECADO POR ATOMIZACIÓN

Muestra 700 ml de solución madre	Condiciones de operación para el secado por atomización	% rendimiento
01	T= 18°C, velocidad de aire en el equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión 1,3 bar, maltodextrina 26,31g	7,5
02	T= 18°C, velocidad de aire en el equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión 1,3 bar, maltodextrina 26,31g	7,8
03	T= 18°C, velocidad de aire en el equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión 1,3 bar, maltodextrina 26,31g	7,53

Fuente: Elaboración propia

## VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La stevia es una planta perenne de origen paraguayo que contiene ocho glucósidos diterpenos, entre los que se encuentra el esteviosido y rebaudiosido A, de la cual se extrae un edulcorante natural por diferentes procesos, básicamente empleando agua y un solvente orgánico.

En el presente trabajo se utilizó la hoja de procedencia del Fundo Campoverde – Ucayali como una humedad inicial de 8%, sin embargo la literatura reporta que en su almacenamiento, la hoja puede soportar 12% de humedad, aunque esto no es recomendable. Se realizó el secado de la hoja para reducir la humedad hasta 4,2% (Cuadro N° 5.1) para facilitar la molienda de la misma. La hoja molida se pasó por malla 30 (0,592mm). Delgado: 2003 realizó estudios de clarificación según tamaño de partículas entre 1mm, 4mm y 16mm reportando que obtuvo buenos resultados con un tamaño de partícula de 4mm. El tiempo de maceración en solución alcohólica a temperatura ambiente fue de 20 horas. Méndez 2012 y Delgado 2003 reportan 31 y 24 horas, para obtener una buena lixiviación. En la mayoría de autores coinciden con utilizar el carbonato de calcio para precipitar las impurezas de la planta como grasas, mucilagos y otros, obteniendo un pH de 13,4; 13,6; 13,2 (Cuadro N° 5.5) Se elevó la temperatura a 60°C, 65°C y 70°C (Cuadro N° 5.3), la filtración se realizó con paño de trama fina para eliminar toda la materia orgánica.

Méndez, F; Saravia, R. realizaron tres pruebas a temperatura de 77°C y 80°C y 73°C teniendo en cuenta que la solución es termo resistente, sin embargo se debe evitar el gasto de energía.

En la purificación se utilizó 10g de hidróxido de calcio y 10g de ácido cítrico en las tres pruebas para precipitar las impurezas y regular el pH a 6,2; 7,3 y 7,8 (Cuadro N° 5.5) obteniendo 14,6° brix (Cuadro N°5,8). Méndez, F; Saravia, R. realizaron tres pruebas con 10g de Hidróxido de calcio y 10g, 14g y 8g respectivamente de ácido cítrico, obteniendo pH de 7,49; 5,77 y 7,53; y 7°, 6°, 6° de brix respectivamente.

Se filtró en filtro de placas para retirar las impurezas y obtener la solución madre, de la cual se empleó 2,300Kg para realizar tres de pruebas de secado por atomización y 1,530 Kg para extracción de los componentes de esteviosido utilizando columnas de intercambio iónico.

Las columnas se lavó con 1,800Kg de solución alcohólica 2:1 y el producto se evaporó y secó obteniendo 19,84g; 17,20 g y 17,10g de polvo de stevia en cada prueba(Cuadro N°5.10), que de acuerdo a la proporción tomada de solución madre esta debe contener 72g, 68,18g 67,05g de esteviósidos respectivamente lo que corresponden al 14,4%; 13,63% y 13,41% respectivamente en base al peso de hoja utilizada (Cuadro N°5.10),. Méndez reporta 25% de rendimiento de extracto, en base a 100g de hoja, otros autores reportan 5%, 10%.

Por atomización se realizaron tres pruebas con las mismas condiciones de temperatura (180°, velocidad de aire del equipo 8, velocidad e alimentación 1, presión 1,3 bar), obteniendo rendimiento de atomizado de 7,8%, 7,5% y 7,53 (Cuadro N°5.11), no se encuentran reportes de este proceso. Estos rendimientos es en base a la masa de la solución no podemos sacar en base a la hoja utilizada por que para el proceso de atomización se ha mezclado con malto dextrina.

Las características presentadas por el polvo obtenido por secado de atomización presentan un color blanco crema que rápidamente se humedece, presentando un color más oscuro. Sin embargo, el polvo obtenido utilizando las columnas de intercambio iónico es de color blanco de sabor fuertemente dulce, levemente amargo, ligeramente con olor a hierba.

La patente de Jeffrey C. Evans (US.N°2010/0099857) no se ha empleado porque no es un método de extracción sino de purificación de rebaudiosido A, por cristalización solvente/antisolvente, además es una patente reciente por lo que se tiene que pedir la autorización para el uso de ésta inventiva y además abonar el pago respectivo por el uso de la patente.

## VII.- REFERENCIALES

1. ALVAREZ, L.A.; CASACCIA; R.; LOPEZ (1996) producción de kaá heé. Asunción-Paraguay, Ministerio de Agricultura. Instituto Agronómica Nacional 226 p
2. BRAVO, M. A.; N. ALE B., D. RIVERA C.; J. HUAMÁN M.; D. DELMÁS R., M. RODRÍGUEZ B.; M. POLO S., M. BAUTISTA C. Caracterización química de la Stevia rebaudiana. Rev. Per. Quím. Ing. Quím. Vol. 12 N° 2, 2009.p.5-8
3. CERNADAS, R Y PRYLUKA, M 1985,(a): "Determinación del contenido de esteviósido en las hojas de Stevia rebaudiana Bertoni". Revista Agroquímica. Technol. Aliment. Vol. 25 (2): 268-272. Buenos Aires. Argentina.
4. CERNADAS, R Y PRYLUKA, M 1985(a): "Determinación del contenido de esteviósido en las hojas de Stevia rebaudiana Bertoni". Revista Agroquímica. Technol. Aliment. Vol. 25 (2): 268-272. Buenos Aires. Argentina.
5. CERNADAS, R Y PRYLUKA, M 1985,(b): "Un método de obtención de esteviósido a partir de hojas de stevia rebaudiana Bertoni". Revista Agroquímica. Technol. Aliment. Vol 25 (2): 611-615. Buenos Aires. Argentina.
6. CODEX ALIMENTARIOS (II Reunión Internacional de Stevia – Paraguay, 2006).
7. CUNYA, Seminario, J. Estudio Etnobotanico de Stevia, Informe de Consultoría Facultad de ciencias agrarias. 2008 Universidad Nacional de Cajamarca. 80p
8. DELGADO ALARCÓN, Jessica Marcia. Obtención de esteviósido en polvo a partir de hojas de stevia. Tesis para optar el título de Ingeniero en Industrias Alimentarias. Lima - Perú.

9. DIAZ, R, NUÑEZ, M, LADRON, C, QUINTANA, N Y YNCHAUSTEGUI, J 1999. Evaluación del mercado japonés de edulcorantes no calóricos, como destino de la Estevia y del Yacón producidos en el Perú. Tesis de maestría en administración. ESAN. Lima. Perú.
10. DIAZ CÓRDOVA, Zoila Margarita. Estudio Experimental para la determinación del rendimiento de esteviosido en las hojas de stevia Revaudiana Bertoni en el caserío Ricardo Palma - Ucayali. UNAC, 2012.
11. DACIW, Marco Gabriel. Stevia rebaudiana UNQ, editorial serie digital ciencia y tecnología, Universidad Nacional de Quilmes. Buenos Aires – Argentina
12. EDAC, Manual técnico de producción de Stevia Cajamarca 2008
13. GALLEGO, José T. y catalogado en la categoría de Stevia, Alimentación y Salud se encuentra disponible. Edición RBA Integral
14. GUTIERREZ, A 1999. Redescubrimiento de la dulzura. Edulcorantes extraídos de la Stevia. CEIAL-INTI (Pág.3). Misiones, Argentina.
15. HAGA, T. et al Purification of a Stevia Rebaudiana B. sweetening agents. Japan Patent 54-030199.1976
16. LÓPEZ TORRES Laura Dayana;Peña Guevara Luis Guillermo. Plan Estratégico para la Comercialización de la Azúcar de Stevia trabajo de grado Universidad Javeriana - Colombia 2004
17. MÉNDEZ ESCOBAR, Flor de María; SARAVIA HERNANDEZ, Ruth Avelina. Extracción de un edulcorante natural no calórico a escala laboratorio a partir de Stevia Rabaudiana B. y su aplicación en la industria de los alimentos. Tesis para optar el grado de grado de ingeniero de alimentos. Universidad de El Salvador 2012.

18. O. GAWA et al. Decoloración y purificación de los componentes de la Stevia Rebaudiana B. 1980
19. OSORIO BARRERA, Consuelo. El Sabor dulce de la vida, plan estratégico, Bogotá. Community College. Administración Comercial y Mercadeo 2007.
20. PHILLIPS, K.C. Stevia: steps in developing a new sweetener. In: T. H. Grenby (Ed.), Developments in Sweeteners 3, Elsevier, New York, p. 1 (1987).
21. REAÑO SACIN, K; GONZALES POLAR, A.; Estudio de prefactibilidad para la instalación de una planta procesadora de esteviosido en polvo. Universidad Nacional Agraria La Molina. 2007.
22. RODRIGUEZ, I; CARDOZO V. Estudio de Posibilidades de desarrollo de la Stevia Rebaudiana en Paraguay. 1988. Estevia y del Yacón producidos en el Perú. Tesis de maestría en administración. ESAN. Lima. Perú.
23. RODRIGUEZ, Malo; SAENZ DE VITERI, Juan Enrique; CAMACHO, Miguel Angel . Obtención de un edulcorante natural proveniente de la stevia (STEVIA REBAUDIANABERTO NI) Tesis para optar el grado de ingeniero agrónomo Guacimo Costa Rica diciembre Diciembre 2005
24. ROJAS MONTOYA, Sergio Valdemar. Stevia: Edulcorante orgánico del siglo XXI. Editado por Universidad Nacional Agraria La Molina – Lima Perú 2009.
25. SIMONSOHN, Bárbara. Descubre la Stevia catalogado en la categoría de Stevia, Diabetes, Celiaquía se encuentra disponible en Obelisco Ediciones.
26. SOTO, Alicia; DEL VAL, Susana. Extracción de los principios edulcorantes de la Stevia Rebaudiana. Revistas de Ciencias Agrarias y Tecnología de los alimentos Vol 20-2002:ISS1666-2016 UBA.

27. TAIARIOL Darío, R. (1995), "Propagación vegetativa de Stevia rebaudiana bertonii", tesis de postgrado, Facultad de Agronomía de la Universidad de Buenos Aires.
28. ZUBIATE, F. Manual del Cultivo de la Stevia (Yerba Dulce). 2007. Disponible desde Internet en: [http://www.engormix.com/s\\_articles\\_view.asp?art=1337](http://www.engormix.com/s_articles_view.asp?art=1337) (con acceso el 10/06/2011).

### **PÁGINAS DE INTERNET**

- <http://es.wikipedia.org/wiki/Caaj%C3%A9>
- <http://www.stevia-paraguay.com/>
- <http://steviadulri.freesevers.com/page5.html>
- <http://www.nutrar.com/detalle.asp?ID=1537>
- <http://www.nutrinfo.com.ar/pagina/info/stevia.html>
- <http://www.geocities.com/iesnchile/todostevia.html>
- <http://www.monografias.com/trabajos87/stevia-rebaudiana-y-sus-potencialidades/stevia-rebaudiana-y-sus-potencialidades.shtml#tecnologia>
- <http://u.busquedaespecializada/busq.internet/steviarebaudiana.2000>
- [http://www.uca.edu.ar/esp/sec-fagrarias/esp/docs-revista/volumenes/tomo.php?numero=20\\_1](http://www.uca.edu.ar/esp/sec-fagrarias/esp/docs-revista/volumenes/tomo.php?numero=20_1)
- [www.perfiltecnologicodelaStevia.pdf](#). Fundación para la innovación tecnológica agropecuaria.

- [Ultimahora.com/stevia-paraguaya-desplaza-la-china-demanda-la-ue-n563394.html](http://Ultimahora.com/stevia-paraguaya-desplaza-la-china-demanda-la-ue-n563394.html)
- [http://es.wikipedia.org/wiki/Resina\\_de\\_intercambio\\_ani%C3%B3nico](http://es.wikipedia.org/wiki/Resina_de_intercambio_ani%C3%B3nico)
- <http://www.consumer.es/seguridad-alimentaria/ciencia-y-tecnologia/2010/04/22/192556.php>
- <http://todostevia.blogspot.com/search/label/stevia>
- [http://www.engormix.com/s\\_articles\\_view.asp?AREA=GDC&art=367](http://www.engormix.com/s_articles_view.asp?AREA=GDC&art=367) tomado por CAMPOS, David instituto de biotecnología UNALM.
- <http://www.alimentacion.enfasis.com/adjuntos24documentos/0000057204pdf>. consultado 21 día 23/04/12

## VIII. APÉNDICE

FIGURA N° 4.1 : DIAGRAMA DE FLUJO DE EXTRACION DE ESTEVIOSIDOS Y REBAUDIOSIDO A EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES Y PROCESOS UNITARIOS.

FIGURA N° 4.2 : DIAGRAMA DE PROCESO DE EXTRACIÓ N DE ESTEVIOSIDO Y REBAUDIOSIDO DE LA HOJA DE STEVIA REBAUDIANA BERTONI PROYECTADO PARA UNA PLANTA PILOTO.

CUADRO N° 5.1 : DETERMINACION DE LA HUMEDAD DE LAS HOJAS DE STEVIA ANTES DE LA MOLIENDA

CUADRO N° 5.2 : PARÁMETROS DE OPERACIÓ N EN LA ETAPA DE MEZCLADO PARA LA OBTENCIÓ N DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.

CUADRO N° 5.3 : AUMENTO DE TEMPERATURA EN LA ETAPA DE LIXIVIACIÓ N O PARA LA OBTENCIÓ N DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.

CUADRO N° 5.4 : PARÁMETROS DE OPERACIÓ N EN LA ETAPA DE TAMIZADO PARA LA OBTENCIÓ N DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA

CUADRO N° 5.5 : PARÁMETROS DE OPERACIÓ N EN LA ETAPA DE PRECIPITADO PARA LA OBTENCIÓ N DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.

CUADRO N° 5.6: PESO DE EXTRACTO.

CUADRO N° 5.7: DENSIDAD DEL EXTRACTO.



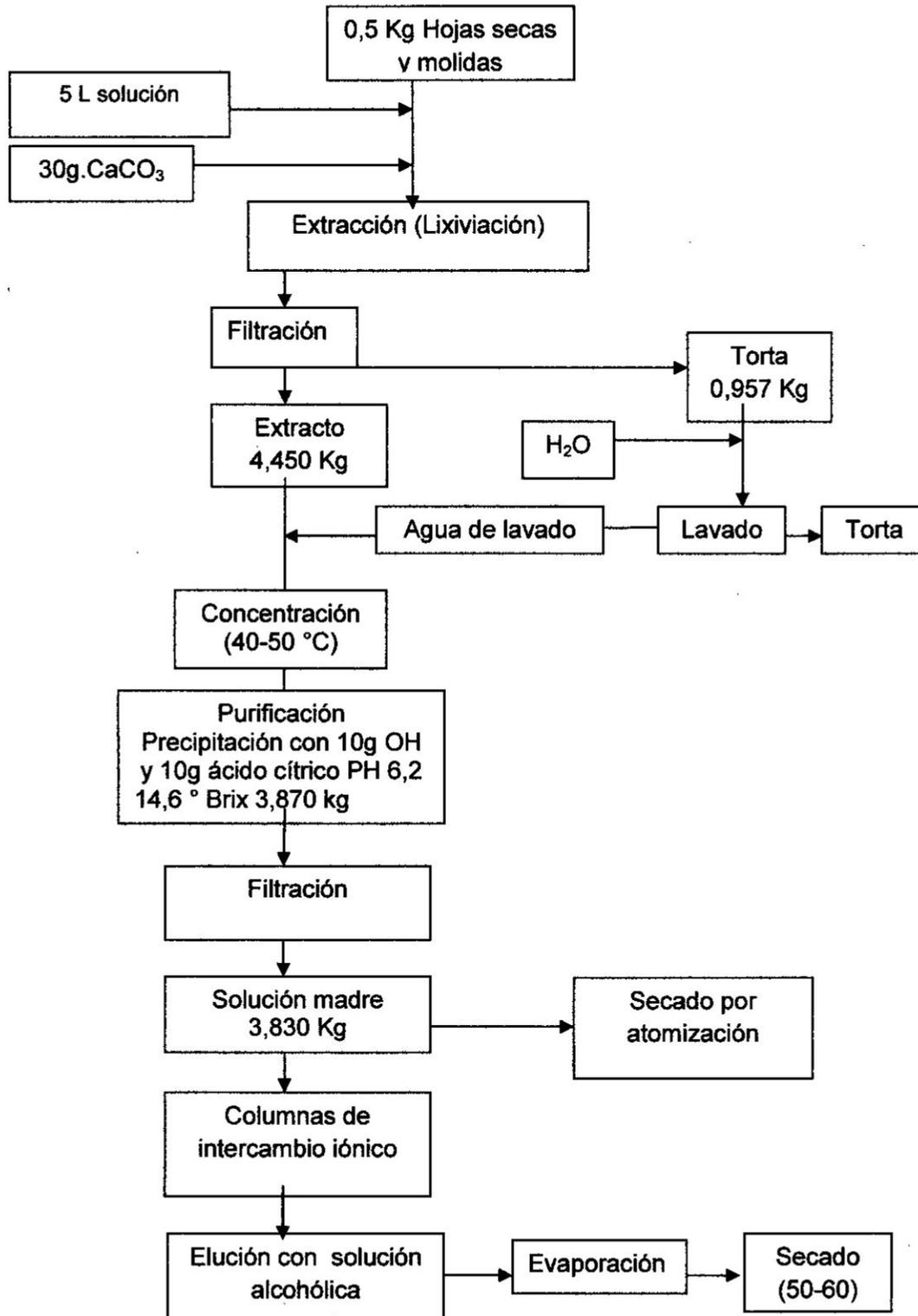
CUADRO N° 5.8 : PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA MEDICIÓN DEL PESO TOTAL DEL EXTRACTO, LOS °BRIX Y EL PH PARA EL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.

CUADRO N° 5.9 : MASA DE ENTRADA PARA CADA UNA DE LAS PRUEBAS

CUADRO N° 5.10: PORCENTAJE EN PESO DE ESTEVIOSIDO RESPECTO AL PESO DE HOJA DE STEVIA.

CUADRO N° 5.11: RENDIMIENTO DE POLVO DE STEVIA SECADO POR ATOMIZACIÓN.

**FIGURA N° 4.1: DIAGRAMA DE FLUJO DE EXTRACION DE ESTEVIOSIDOS Y REBAUDIOSIDO A CON COLUMNAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

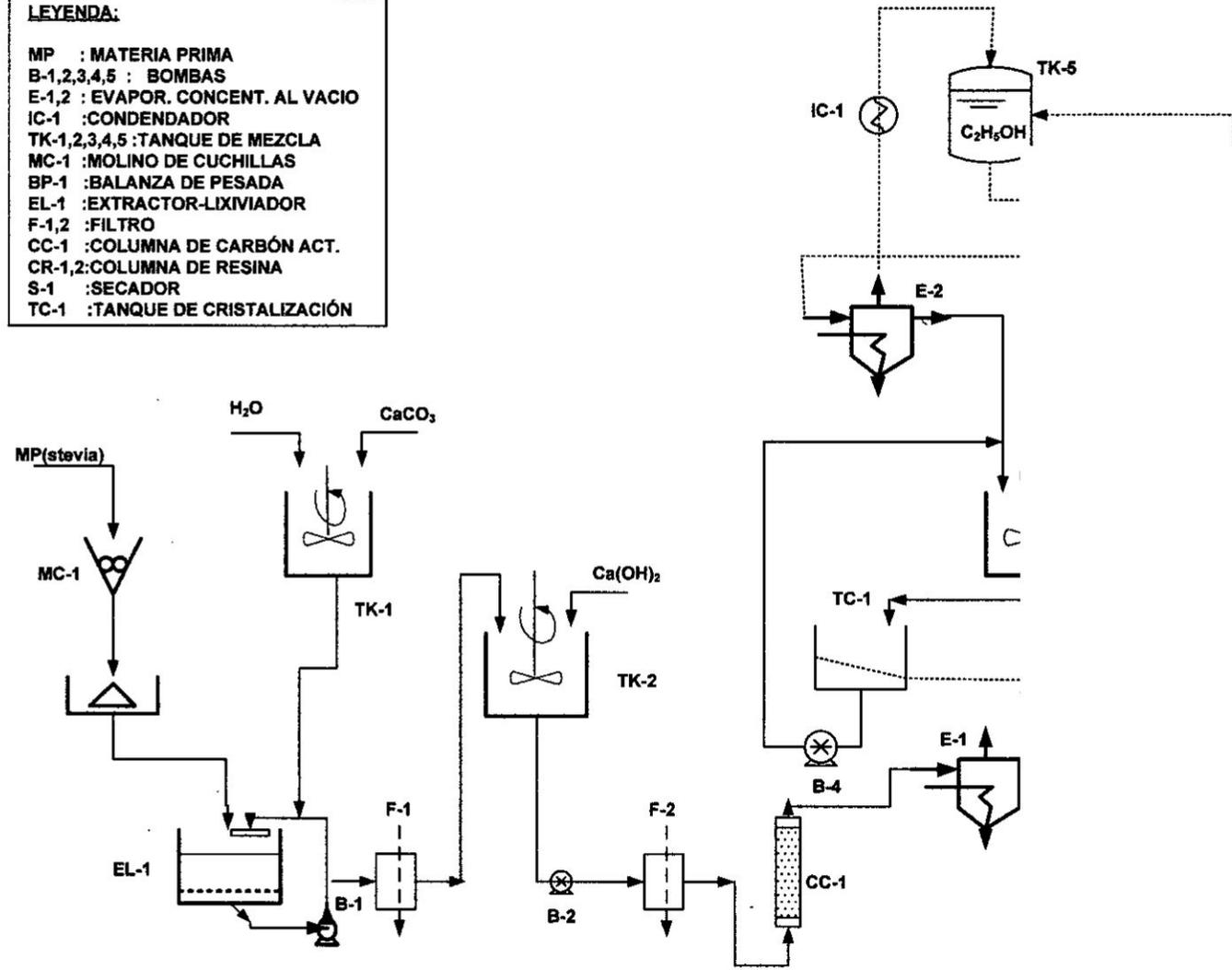


Fuente: Elaboración propia.

*Handwritten signature*

FIGURA N° 4.2 : DIAGRAMA DE PROCESO DE EXTRACCION DE ESTEVIOSIDO Y REBAUDIOSIDO DE LA HOJA DE STEVIA REBAUDIANA BERTONI PROYECTADO PARA UNA PLANTA PILOTO

- LEYENDA:**
- MP : MATERIA PRIMA
  - B-1,2,3,4,5 : BOMBAS
  - E-1,2 : EVAPOR. CONCENT. AL VACIO
  - IC-1 : CONDENSADOR
  - TK-1,2,3,4,5 : TANQUE DE MEZCLA
  - MC-1 : MOLINO DE CUCHILLAS
  - BP-1 : BALANZA DE PESADA
  - EL-1 : EXTRACTOR-LIXIVIADOR
  - F-1,2 : FILTRO
  - CC-1 : COLUMNA DE CARBÓN ACT.
  - CR-1,2: COLUMNA DE RESINA
  - S-1 : SECADOR
  - TC-1 : TANQUE DE CRISTALIZACIÓN



Fuente: Elaboración propia

*[Handwritten signature]*

**CUADRO N° 5.1**

**DETERMINACION DE LA HUMEDAD DE LAS HOJAS DE STEVIA ANTES DE LA  
MOLIENDA**

<b>Muestra de hoja seca 5 gramos</b>	<b>Perdida en Peso ( gr )</b>	<b>% Humedad 8 % inicial</b>
01	0,25	5,0
02	0,245	4,9
03	0,23	4,6
04	0,21	4,2

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.2**

**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE MEZCLADO PARA LA  
OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.**

<b>PRUEBA</b>	<b>PESO A LA ENTRADA DE MEZCLADO (Kg)</b>	<b>TIEMPO (Hora)</b>	<b>TEMPERATURA (°C)</b>	<b>PESO A LA SALIDA DE MEZCLADO (Kg)</b>	
<b>Prueba 1</b>	Stevia	0,500	20	25	0,500
	Agua: alcohol	5,000	20	25	5,000
	Carbonato de Calcio	0,030	20	25	0,030
<b>Prueba 2</b>	Stevia	0,500	20	25	0,500
	Agua: alcohol	5,000	20	25	
	Carbonato de Calcio	0,030	20	25	0,030
<b>Prueba 3</b>	Stevia	0,500	20	25	0,500
	Agua: alcohol	5,000	20	25	5,000
	Carbonato de Calcio	0,030	20	25	0,030

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.3:****AUMENTO DE TEMPERATURA EN LA ETAPA DE LIXIVIACIÓN PARA LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA**

PRUEBA		PESO A LA ENTRADA DEL CALENTAMIENTO (Kg)	TIEMPO (minutos)	TEMPERATURA (°C)	PESO A LA SALIDA DEL CALENTAMIENTO (Kg)
Prueba 1	Stevia	0,500	30	60	0,500
	Agua:alcohol	5,000	30	60	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	30	60	0,030
Prueba 2	Stevia	0,500	30	65	0,500
	Agua:alcohol	5,000	30	65	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	30	65	0,030
Prueba 3	Stevia	0,500	30	70	0,500
	Agua H <sub>2</sub> O	5,000	30	70	5,000
	Carbonato de Calcio CaCO <sub>3</sub>	0,030	30	70	0,030

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.4**

**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE TAMIZADO PARA LA  
OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.**

PRUEBA		TEMPERATURA (°C)	PESO A LA SALIDA DEL TAMIZADO (Kg)
Prueba 1	Sólido	25	0,957
	Líquido	25	4,450
Prueba 2	Sólido	25	0,959
	Líquido	25	4,420
Prueba 3	Sólido	25	0,959
	Líquido	25	4,360

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.5**

**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA ETAPA DE PRECIPITADO PARA LA  
OBTENCIÓN DEL EXTRACTO A BASE DE STEVIA.**

Prueba		Tiempo horas	Temperatura (°C)	Peso de ácido cítrico (Kg)	peso de Hidróxido de Calcio Ca(OH) <sub>2</sub> (Kg)	peso a la salida del filtro (Kg)	pH inicial	pH final
Prueba	Sólido	8	25	0,010	0,010	0,112		
	Líquido	8	25	-	-	3,758	13,6	6,2
Prueba	Sólido	8	25	0,010	0,010	0,133		
	Líquido	8	25	-	-	3,700	13,4	7,3
Prueba	Sólido	8	25	0,010	0,010	0,122		
	Líquido	8	25	-	-	3,798	13,2	7,8

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.6:**

**PESO DE EXTRACTO**

<b>PRUEBA</b>	<b>PESO DE EXTRACTO (solución madre) Kg</b>
<b>01</b>	3,830
<b>02</b>	3,700
<b>03</b>	3,798

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.7 : DENSIDAD DEL EXTRACTO**

<b>PRUEBA</b>	<b>DENSIDAD DEL EXTRACTO (solución madre) Kg/L</b>
01	0,950
02	1,012
03	1,095

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.8**

**PARÁMETROS DE OPERACIÓN EN LA MEDICIÓN DEL PESO TOTAL DEL EXTRACTO, LOS °BRIX Y EL PH PARA EL EXTRACTO DE STEVIA.**

<b>PRUEBA</b>	<b>PESO DE EXTRACTO (solución madre) Kg</b>	<b>pH DEL EXTRACTO</b>	<b>° BRIX DEL EXTRACTO</b>	<b>DENSIDAD (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>Prueba 1</b>	3,830	6,2	14,6	0,950
<b>Prueba 2</b>	3,700	7,3	14,2	1,012
<b>Prueba 3</b>	3,798	7,8	14,5	1,095

Fuente: Elaboración propia

### CUADRO N° 5.9

#### MASA DE ENTRADA PARA CADA UNA DE LAS PRUEBAS.

COMPONENTES	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Masa Stevia (Kg)	0,500	0,500	0,500
Masa CaCO <sub>3</sub> (Kg)	0,030	0,030	0,030
Masa: H <sub>2</sub> O + alcohol (Kg)	5,000	5,000	5,000
Masa C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> (Kg)	0,010	0,010	0,010
Masa Ca(OH) <sub>2</sub> (Kg)	0,010	0,010	0,010
Masa Total (Kg)	5,550	5,550	5,550

Fuente: Elaboración propia

### CUADRO N° 5.10

#### PORCENTAJE EN PESO DE POLVO DE ESTEVIOSIDO RESPECTO AL PESO DE HOJA DE STEVIA

	Masa de concentrado Kg	Masa de concentrado que ingresa a la columna de intercambio iónico	Masa de polvo de esteviosido producido	% en peso de esteviosido respecto al peso de hoja de stevia
Prueba 1	3,830	1,530	19,84	14,40
Prueba 2	3,700	1,400	17,20	13,63
Prueba 3	3,798	1,498	17,10	13,41

Fuente: Elaboración propia

**CUADRO N° 5.11****RENDIMIENTO DE POLVO DE STEVIA SECADO POR ATOMIZACIÓN**

<b>Muestra 700 ml de solución madre</b>	<b>Condiciones de operación para el secado por atomización</b>	<b>% rendimiento</b>
01	T= 18°C, velocidad de aire en el equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión 1,3 bar, maltodextrina 26,31g	7,5
02	T= 18°C, velocidad de aire en el equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión 1,3 bar, maltodextrina 26,31g	7,8
03	T= 18°C, velocidad de aire en el equipo 8, velocidad de alimentación 1, presión 1,3 bar, maltodextrina 26,31g	7,53

Fuente: Elaboración propia

# ANEXOS

**ANEXO N° 1 : PATENTES DE MÉTODOS DE EXTRACCIÓN Y PURIFICACIÓN  
DE ESTEVIÓSIDO Y REBAUDIÓSIDO A PARTIR DE LA STEVIA**

**ANEXO N° 2 : DIRECCIÓN GENERAL DE COMPETITIVIDAD AGRARIA  
(PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN EL PERÚ)**

**ANEXO N° 3: RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**



# ANEXO N° 1 : PATENTES DE MÉTODOS DE EXTRACCIÓN Y PURIFICACIÓN DE ESTEVIÓSIDO Y REBAUDIÓSIDO A PARTIR DE LA STEVIA

Publicación de patente de aplicación, USA  
EVANS et al.

Fecha de publicación: 22 de abril 2010.

Numero de publicación: US. No.: 2010/0099857

Método de producción de compuestos de rebaudiosido A purificado con el uso de cristalización solvente/antisolvente.

Autores: Jeffrey C. Evans, St. Michael, MN (US); Alan S. Myerson, Chicago, IL (US); Timothy Oolman, Plymouth, MN (US); Troy A. Rhonemus, Plymouth, MN (US); Karen M. Storo, Burnsville, MN (US); Christopher A. Tyler, Minnetonka, MN (US).

Dirección de correspondencia:

CARGILL, INCORPORATED P.O. Box 5624. MINNEAPOLIS, MN 55440-5624 (US).

Encargado apoderado: CARGILL, INCORPORATED. Wayzata, MN (US)

Aplicación numero: 12/524,134

PCT (Tratado de Cooperación en materia de Patente) archivado: enero 18 del 2008.

PCT (Tratado de Cooperación en materia de Patente) No. PCT/US08/00700 (relacionado con la información de aplicación americana)

Aplicación provisional No. 60/881,798, archivado el 22 de enero del 2007, aplicación provisional No. 61/008,163, archivado el 19 de diciembre del 2007.

## RESUMEN

La inventiva provee métodos para la purificación de rebaudiosido A a partir de una mezcla que consta de glucósidos de la planta de stevia rebaudiana. Los métodos de la invención son útiles para la preparación de composiciones altamente puras de Rebaudiosido A a partir de componentes iniciales de estevia cruda que son típicamente considerados bajos en concentraciones de rebaudiosido A. Las composiciones altamente puras de rebaudiosido A son útiles como endulzantes no calóricos en composiciones masticables o comestibles como comidas, bebidas, medicina, dulces, chicles, y otros.

## METODO DE PRODUCCION DE COMPOSICION DE REBAUDIOSIDO A PURIFICADO USANDO UNA CRISTALIZACION SOLVENTE/ANTISOLVENTE

### REFERENCIAS LITERARIAS RELACIONADAS A LAS APLICACIONES

<0001> La siguiente aplicación de patente alega beneficios de la APLICACIÓN DE PATENTE PROVISIONAL de los ESTADOS UNIDOS, que tiene el ser. No. 60/881,798, archivado el 22 de enero del 2007, titulado METODO DE PRODUCCION DE COMPOSICIONES DE REBAUDIOSIDO A PURIFICADO USANDO CRISTALIZACION SOLVENTE/ANTISOLVENTE, y la aplicación provisional de patente americana tiene Ser. No. 61/008,163, archivada el 19 de diciembre del 2007, titulada METODOS DE PRODUCCION DE REBAUDIOSIDO A PURIFICADO USANDO CRISTALIZACION SOLVENTE/ANTISOLVENTE, en el que se dice que las aplicaciones de patente provisional son incorporadas en este documento por referencia.

### CAMPO

<0002> la invención se refiere a la purificación de rebaudiosido A a partir de extractos crudos de la planta *stevia rebaudiana* haciendo uso de la cristalización solvente/ antisolvente.

### ANTECEDENTES

La especie *stevia rebaudiana* ("stevia") ha sido objeto de varias investigaciones y esfuerzos de desarrollo dirigidos a la purificación de ciertos glucósidos dulces de la estevia que tienen potencial como endulzantes no calóricos. Los glucósidos dulces que son extraídos de la estevia incluyen 6 rebaudiosidos (por ejemplo, rebaudiosido A al F), esteviosido (el glucósido predominante en extractos de la estevia primitiva), dulcósidos y STEREBINS.

El rebaudiosido A es el más dulce de los glucósidos de la estevia, teniendo de 250 a 240 veces más el dulzor de la sucrosa. De los glucósidos, generalmente se está de acuerdo con que el rebaudiosido A es el más deseable por su uso como endulzador no calórico debido a su perfil adecuado de dulzor, aprobaciones regulares, aceptabilidad por parte del consumidor, y mínima sensación a amargo después de probarlo.

Varios métodos se han reportado para la purificación de rebaudiosido A a partir del rebaudiosido A crudo contenido en extractos de estevia.

La publicación japonesa No. 56121454 reporta un método de separación de esteviosidos y rebaudiosido A por cristalización obteniendo alta pureza y producción. En el método una mezcla de esteviosido y rebaudiosido A se extraen de las hojas y tallos de la *stevia rebaudiana* Bertoni mediante un proceso convencional. El extracto es disuelto en una solución con un porcentaje mayor o igual a 70% de etanol y luego el rebaudiosido A es cristalizado selectivamente de la solución.

La patente japonesa 63173531 describe un método de extracción de glucósidos dulces de la planta de stevia rebaudiana. El primer paso del proceso es extraer una solución líquida de glucósidos dulces de la planta stevia rebaudiana. Segundo, la solución líquida de glucósidos dulces se pasa a través de una resina porosa no polar y es eluida con un solvente orgánico soluble en agua, preferentemente metanol. Tercero, la solución eluida es concentrada y secada dando un material en polvo. Este proceso aísla una mezcla de glucósidos dulces, pero no los aísla de forma individual, el rebaudiosido A es un glucósido dulce.

<0008> La publicación No. 2006/0083838 (Jackson et al.) de la aplicación de patente de USA reporta un método de aislamiento y purificación del rebaudiosido A a partir de componentes iniciales comercialmente disponibles de stevia rebaudiana. El método comprende: (1) un periodo de formulación de etanol para formular un solvente selectivo de etanol, (2) un primer periodo de reflujo usando materiales iniciales de stevia y opcionalmente periodos de reflujo adicionales usando concentrado aislado de una mezcla de reflujo o de una mezcla lavable agitada, (3) opcionalmente, uno o más periodos de lavado con agitación, y (4) un etanol purificante y periodos de secado. En formas de realización que usan materia prima de baja calidad de stevia se suele añadir un segundo periodo de reflujo previo al periodo del lavado con agitación que maximiza la pureza del producto final de rebaudiosido A. En el método reportado, una atapa de formulación de etanol se conduce con el fin de formular un solvente de reflujo deseado para su uso en el(los) paso(s) de reflujo. Comúnmente, el solvente de reflujo es una mezcla de etanol y agua con aproximadamente 5% a 15% en volumen de agua. El proceso además incluye uno o más pasos de reflujo con energía intensa que son comúnmente llevados a cabo a temperaturas de más o menos 89°C a 90°C por cerca de una hora. El método reportado produce 100% de rebaudiosido A puro soluble en agua.

<0009> la patente americana No. 5962678 (Payzant et al.) menciona un método de extracción selectiva de glucósidos dulces a partir de la planta de stevia rebaudiana. En el método mencionado, los glucósidos dulces son extraídos de la planta de stevia rebaudiana y procesados para obtener componentes individuales en un proceso multi-pasos. Primero, la planta de stevia es tratada para extraer una solución líquida acuosa que contiene glucósidos dulces mezclados. Mediante el uso de una serie de resinas de intercambio iónico los glucósidos impuros no dulces son separados de la mezcla de glucósidos dulces, los cuales están secos. Esta mezcla de glucósidos dulces secos, que aun contienen impurezas, es después disuelta en un solvente orgánico soluble en agua como el metanol anhidro para formar una solución. La solución es pasada a reflujo y es enfriada para precipitar un primer componente dulce de glucósido. Este primer componente dulce de glucósido, que es generalmente el esteviosido, se puede recuperar por filtración y puede además purificarse empleando el método descrito para el segundo componente.

<0010> El líquido filtrado de la cristalización del primer glucósido dulce precipitado puede ser además tratado para obtener un segundo componente de glucósido dulce mediante la concentración del líquido filtrado por calentamiento. Al enfriar la solución, un segundo componente de glucósido dulce que precipita puede ser recuperado. Este segundo componente

de glucósido dulce es generalmente el rebaudiosido A. Este puede además ser purificado disolviéndolo en un solvente orgánico soluble en agua como el metanol que opcionalmente puede contener una pequeña cantidad de agua. La solución es calentada, pasada a reflujo, y finalmente enfriada para precipitar el segundo componente de glucósido dulce de una mayor pureza. El precipitado puede ser recuperado por filtración. Este proceso de purificación puede ser repetido hasta que se obtenga un sólido cristalizado final a la pureza deseada. El método reporta niveles de pureza del rebaudiosido A de 90% o más, o 95% o más.

<0011> la patente americana No. 4361697 (Dobberstein et al.) reporta un proceso para recuperar diterpenos de glucósidos de la planta de Stevia rebaudiana. El proceso incluye los pasos de extracción secuencial del material de la planta con un primer solvente de polaridad intermedia para extraer sustancias de la planta que tienden a interferir con la separación cromatográfica líquida de los glucósidos, y luego con un segundo solvente de alta polaridad para extraer los glucósidos, y de una forma cromatográfica separando los glucósidos extraídos introduciéndolos en una columna líquida cromatográfica conteniendo un empaquetamiento de una fase orgánica estacionaria de oxígeno covalentemente unida a través de un átomo de silicio hasta un soporte inorgánico. Los glucósidos son eluidos con un solvente de una polaridad más alta que la del primer solvente pero menor que la del segundo solvente.

<0012> la patente americana No. 4892938 (Giovanetto) reporta un método para la recuperación de esteviosidos a partir de la planta seca de Stevia rebaudiana Bertoni por extracción y purificación. Un extracto es obtenido mediante tratamientos en agua a temperaturas que van desde las del medio ambiente hasta más o menos los 65°C con agitación y una subsiguiente filtración y centrifugación. Este extracto es tratado con hidróxido de calcio, después de lo cual se obtiene un precipitado por medio de filtración o centrifugación. Este precipitado es tratado con una resina de intercambio iónico de alta acidez y seguidamente con una resina de intercambio iónico de baja basicidad, filtrado y secado.

<0013> la patente americana No. 4082858 (Dubois) reporta un método para la recuperación del rebaudiosido A de las hojas de la planta de la Stevia rebaudiana. La purificación final es llevada a cabo por cromatografía líquida posteriormente seguida por una extracción inicial con agua y alcohol con 1 a 3 carbonos, preferentemente metanol. Se expone también que el agua puede ser usada como el solvente inicial, el solvente preferido en esta etapa es un líquido halo alcalino que tiene de 1 a 4 átomos de carbono. El segundo solvente preferido es un alcohol con 1 a 3 átomos de carbono, mientras que el tercer solvente preferido es un alcohol con 1 a 4 átomos de carbono y opcionalmente menores cantidades de agua.

<0014> la aplicación a patente americana No. 2006/0134292 (Abelyan et al.) reporta un proceso para recuperación de glucósidos dulces de la planta Stevia rebaudiana. Las hojas secas y pulverizadas son tratadas con agua en presencia de la pectinasa, celulasa, y alfa amilasa. El uso de estas enzimas incrementa considerablemente el rango de extracción y facilita las siguientes etapas de purificación. El extracto resultante se purifica usando un tratamiento con hidróxido de calcio y

ultrafiltración. Lo difundido es pasado a través de la columna rellena con bentonita y es concentrado hasta el estado de jarabe en condiciones de vacío. El tratamiento con etanol permite separar el rebaudiosido A prácticamente puro de la mezcla. El rebaudiosido A de alta pureza se obtiene después del lavado de cristales con 85-95% de etanol.

<0015> la patente americana No. 5972120 (Kutowy et al.) reporta un proceso para la extracción de componentes dulces de la Stevia rebaudiana Bertoni, mediante columna de extracción, seguido de una purificación por filtración. La extracción ocurre a temperaturas entre 0 a 25°C. Preferentemente, un paso de pre tratamiento de micro filtración se usa para clarificar el extracto. Las condiciones de filtración son controladas para optimizar la recuperación de los componentes dulces.

<0016> otras técnicas incluyen algunas reportadas en la publicación japonesa Nos. 56121454; 56121455; 52062300; y 56121453 encargadas a Ajinomoto Company, Inc., y en la publicación china No. 1243835 encargada a Hallin Stevia rebaudiana Sugar.

<0017> Se necesitan mejoras en las técnicas y métodos disponibles para la purificación del rebaudiosido A de la Stevia rebaudiana ("estevia"). En particular un método que pueda conducirse a temperatura ambiente sin la necesidad de pasos de enfriado o calentado o energía intensa de reflujo.

## **RESUMEN**

<0018> La inventiva provee métodos de purificación del rebaudiosido A a partir de una mezcla comprendida de glucósidos de la planta Stevia rebaudiana ("estevia"). Los métodos de la inventiva son útiles para preparar composiciones altamente puras de rebaudiosido A a partir de la estevia cruda con sus componentes iniciales que son comúnmente considerados bajos en concentración de rebaudiosido A. Las composiciones altamente puras de rebaudiosido A son útiles para endulzantes no calóricos en composiciones comestibles o masticables como alimentos, bebidas, medicinas, golosinas, gomas de mascar, y semejantes.

<0019> Ventajosamente, en ciertas formas de realización; el método de esta inventiva puede ser conducido íntegramente a temperatura ambiente o a alguna cercana a esta sin la necesidad de pasos con uso energía intensa de reflujo, calentamiento, y/o enfriamiento. Adicionalmente, el método de esta inventiva no requiere separación cromatográfica a fin de proveer composiciones altamente puras de rebaudiosido A. No obstante, en algunas de las formas de realización de esta inventiva, el método puede incluir uno o más pasos de (i) calentamiento, (ii) enfriamiento, y (iii) separación por columna cromatográfica a fin de purificar la composición del rebaudiosido A hasta lograr el nivel de pureza deseado.

<0020> en un aspecto, el método de la inventiva comprende los pasos de:

<0021> (a) proveer una composición inicial de Stevia que abarque:

<0022> rebaudiosido A; y

<0023> uno o más de rebaudiosido B, rebaudiosido C, rebaudiosido D, rebaudiosido E, rebaudiosido F, esteviosido y dulcosido;

<0024> (b) formación de una solución de glucósido disolviendo la composición inicial de la estevia en un solvente que consta de: (i) una mezcla de alcohol débil (por ejemplo, un alcohol de 3 a 4 carbonos) y agua, o (ii) una mezcla de ácido carboxílico débil (por ejemplo, ácido acético) y agua, y

<0025> (c) adición de un antisolvente a la solución de glucósido del paso (b) en una cantidad que sea efectiva para ocasionar al menos una porción de rebaudiosido A para cristalizar a partir de la solución de glucósido hasta la forma de una composición purificada de rebaudiosido A que tenga un nivel de pureza mayor que la composición inicial de la estevia.

<0026> En muchas formas de realización, la composición inicial de la estevia abarca cerca del 40% en peso o más de rebaudiosido A. Por ejemplo, la composición inicial de la estevia puede comprender cerca al 40% hasta 80% del peso de rebaudiosido A o más o menos 40% hasta 60% del peso de rebaudiosido A.

<0027> la composición inicial de estevia se disuelve en un solvente que comprende: (i) una mezcla de un alcohol débil (por ejemplo, un alcohol de 1 a 3 carbonos) y agua, o (ii) una mezcla de un ácido carboxílico débil (por ejemplo, ácido acético) y agua, a fin de formar una composición de glucósido. Entre los ejemplos de alcoholes débiles útiles se tienen metanol, etanol, y propanol (n-propanol e i-propanol). En muchas formas de realización, la composición del solvente comprende una mezcla de alcohol débil y agua, en donde la parte de alcohol débil abarca cerca de 30% a 70% del peso de la composición del solvente, y el agua cerca de 30 a 70% del peso de la composición del solvente. En una forma de realización de ejemplo, la composición del solvente comprende cerca del 50% en peso en etanol y 50% de peso en agua. Una composición solvente de ácido carboxílico débil (por ejemplo, ácido acético) y agua puede ser usado. Cuando se usa como solvente, el ácido carboxílico débil es generalmente presentado en una cantidad que va desde el 30% de peso hasta 90% de peso, y el agua es generalmente presentado en una cantidad desde 10% en peso hasta 70% en peso. en forma más general, el ácido carboxílico débil se presenta en una cantidad que va desde el 50% del peso hasta 90% de peso, y el agua se presenta en cantidades que van desde cerca del 10% hasta 50% de peso.

<0028> si bien cualquier cantidad por debajo del límite de solubilidad se puede usar, la composición inicial de estevia es comúnmente disuelta en una composición de solvente que provea una solución de glucósido entre 15% a 50% de peso de la composición inicial y cerca del 50% a 85% de peso del solvente. Por ejemplo, una solución de ejemplo de glucósido comprende cerca del 30% de peso de la composición inicial de la estevia y cerca del 70% de peso de la composición solvente, donde más o menos un 50% del solvente es etanol y cerca del 50% de peso del solvente es agua.

<0029> Después de disolver la composición inicial de estevia en el solvente, una cantidad efectiva de antisolvente se añade a la solución de glucósido a fin de iniciar la cristalización del rebaudiosido

A. El antisolvente cambia la solubilidad de equilibrio del rebaudiosido A en una solución que resulta en la sobresaturación de la concentración del rebaudiosido A (así, está por encima de su límite de solubilidad). Debido a que el rebaudiosido A está por encima de su límite de solubilidad de equilibrio, el rebaudiosido A cristaliza de una composición solvente a una forma de cristales purificados de rebaudiosido A.

<0030> cuando se usa como solvente una mezcla de alcohol débil (por ejemplo, un alcohol de 1 a 3 carbonos) y agua, el antisolvente generalmente comprende un alcohol débil, tal como un alcohol de 1 a 3 carbonos. Ejemplos representativos incluyen metanol, etanol, propanol (por ejemplo, n-propanol e i-propanol), acetona, y acetato de etilo. El antisolvente puede ser el mismo alcohol de 1 a 3 carbonos usado en el solvente o un alcohol diferente de también 1 a 3 carbonos. Por ejemplo, el solvente puede comprender etanol y agua, y el antisolvente podría comprender metanol. Cuando un ácido carboxílico débil y agua son usados como solventes, entonces los antisolventes útiles podrían ser metanol, etanol, propanol (por ejemplo, n-propanol e i-propanol), acetona, y acetato de etilo.

<0031> relacionado a la masa del solvente, la masa del antisolvente generalmente abarca de 0.5:1 hasta 9:1; y es más común de 2:1 hasta 3:1.

<0032> Los antisolventes pueden ser añadidos en una adición única (por ejemplo, una adición única del volumen total del antisolvente) o puede ser añadido en múltiples partes, con la que cada una provea una fracción del total requerido del antisolvente. Un rango de adición más lento, o adiciones pequeñas múltiples del antisolvente puede proveer mayor pureza al rebaudiosido A que aquella en donde el antisolvente es añadido en una única adición.

<0033> después de la adición del antisolvente, la composición resultante es generalmente agitada a temperatura ambiente a fin de permitir la cristalización del rebaudiosido A. Comúnmente, la cristalización ocurre dentro de las 24 horas posterior a la adición del antisolvente. Como regla general, el tiempo de cristalización disminuye a medida que la pureza de la composición inicial del rebaudiosido A aumenta. Por ejemplo, si la composición inicial es relativamente pura (por ejemplo, 80% de rebaudiosido A), la cristalización puede tomar menos de una hora. En muchas formas de realización, la cristalización toma de 1 a 4 horas.

<0034> después de la cristalización, el rebaudiosido A purificado puede ser recuperado mediante el uso de técnicas conocidas como la filtración o centrifugación. Luego de la recuperación, los cristales purificados de rebaudiosido A pueden ser nuevamente purificados por lavado con un alcohol débil, por ejemplo, metanol o etanol.

<0035> en muchas formas de realización, el método de la inventiva produce composiciones purificadas de rebaudiosido A que comprenden cerca del 90% de peso o más de rebaudiosido A, por ejemplo, cerca del 95% de peso o más de rebaudiosido A, 96% o más; 97 ó, 98.5% ó más. En muchas formas de realización, el método de esta inventiva produce rebaudiosido A purificado que

comprende aproximadamente 2.5% en peso o menos de rebaudiosido B; por ejemplo, cerca del 2% del peso o menos es rebaudiosido B, o en otros casos cerca del 1%. En otras formas de realización, este método produce aproximadamente 1% o menos de rebaudiosido D, por ejemplo, cerca de 0.5% o menos es rebaudiosido D. Los niveles finales de rebaudiosido A, B y D dependerán generalmente de la cantidad de estos que hayan estado presentes en el material inicial.

<0036> en otros aspectos, esta inventiva provee un método de lavado de un sólido que comprende el rebaudiosido A y el rebaudiosido D a fin de remover al menos una porción del rebaudiosido D de la composición sólida. El método abarca los siguientes pasos: (a) proveer rebaudiosido A y rebaudiosido D en forma sólida; y (b) un lavado de sólidos con alcohol de 1 a 3 carbonos para remover al menos una parte del rebaudiosido D de la composición sólida. Ejemplos de solventes incluyen alcoholes de C1 - C3 como el metanol, etanol y propanol. En muchas formas de realización, se prefiere el metanol para la reducción del rebaudiosido D.

#### **BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS**

<0037> FIG. 1 es un patrón de difracción de rayos X para los cristales producidos de rebaudiosido A por cristalización a partir de un solvente de etanol/agua usando etanol como antisolvente.

<0038> FIG. 2. Es una imagen de microscopía luminosa de los cristales producidos por cristalización de rebaudiosido A a partir de un solvente de etanol/agua usando metanol como el antisolvente.

#### **DESCRIPCIÓN DETALLADA**

<0039> En cierto aspecto esta invención proporciona un método de purificación que incluye al rebaudiosido A. Los métodos de esta invención se pueden usar para preparar composiciones altamente puras de rebaudiosido A que son convenientes como endulzantes de bajas calorías en composiciones comestibles o masticables como comidas, bebidas, medicina, golosinas, gomas de mascar y otros.

<0040> en cierta medida la invención proporciona un método de purificación del rebaudiosido A a partir de una mezcla de glucósidos. El método comprende los pasos de:

<0041> (a) proporcionar una composición inicial de estevia abarcando:

<0042> rebaudiosido A; y

<0043> uno o más componentes como rebaudiosido B, rebaudiosido C, rebaudiosido D, rebaudiosido E, rebaudiosido F, esteviosido, y dulcósido;

<0044> (b) formar una solución de glucósidos disolviendo la composición inicial del glucósido en un solvente que comprende una mezcla de: (i) un alcohol débil (por ejemplo, un alcohol de 1 a 3 carbonos) y agua, o (ii) ácido carboxílico débil (por ejemplo, ácido acético) y agua, y

<0045> (c) adicionar un antisolvente a la solución de glucósidos del paso (b) en una cantidad tal que se obtenga al menos una porción del rebaudiosido A para cristalizar a partir de la solución en la forma de una composición purificada de rebaudiosido A.

DH



US005972120A

United States Patent [19]  
Kutowy et al.

[11] Patent Number: 5,972,120  
[45] Date of Patent: Oct. 26, 1999

[54] EXTRACTION OF SWEET COMPOUNDS FROM *STEVIA REBAUDIANA BERTONI*

[75] Inventors: Oleh Kutowy, North Gower; Shi Qiu Zhang, Nepean; Ashwani Kumar, Orleans, all of Canada

[73] Assignee: National Research Council of Canada, Ottawa, Canada

[21] Appl. No.: 09/116,925

[22] Filed: Jul. 17, 1998

Related U.S. Application Data

[60] Provisional application No. 60/053,024, Jul. 19, 1997.

[51] Int. Cl.<sup>6</sup> ..... C07G 3/00; A23C 1/22

[52] U.S. Cl. .... 127/43; 127/34; 424/195.1; 536/18.1

[58] Field of Search ..... 127/34, 43; 424/195.1; 536/18.1

[56] References Cited  
PUBLICATIONS

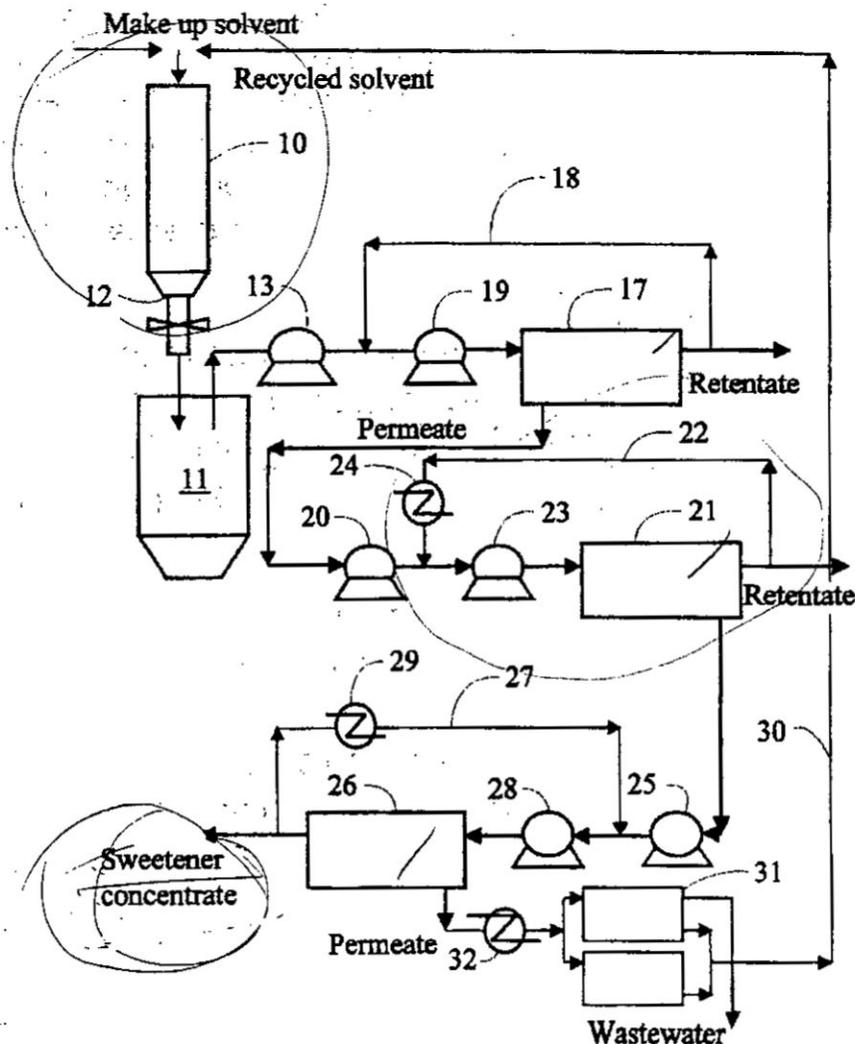
Derwent Acc No. 1976-47060X Stevioside purificn . . . , May 8, 1976.  
Derwent Acc No. 1997-403250 Extracting stevioside . . . , Nov. 19, 1997.  
Derwent Acc No. 1993-194885 Natural sugar substitute . . . , Jun. 23, 1993.

Primary Examiner—David Brunsman  
Attorney, Agent, or Firm—J. Wayne Anderson

[57] ABSTRACT

The invention disclosed relates to a process for the extraction of sweet compounds from *Stevia rebaudiana Bertoni*, by column extraction, followed by purification by filtration. The extraction is at temperatures in the range of 0 to 25° C. Preferably, a pre-treatment step of microfiltration is used to clarify the extract. Purification is by ultrafiltration followed by nanofiltration. The filtration conditions are controlled to optimize the recovery of the sweet compounds.

20 Claims, 2 Drawing Sheets



21

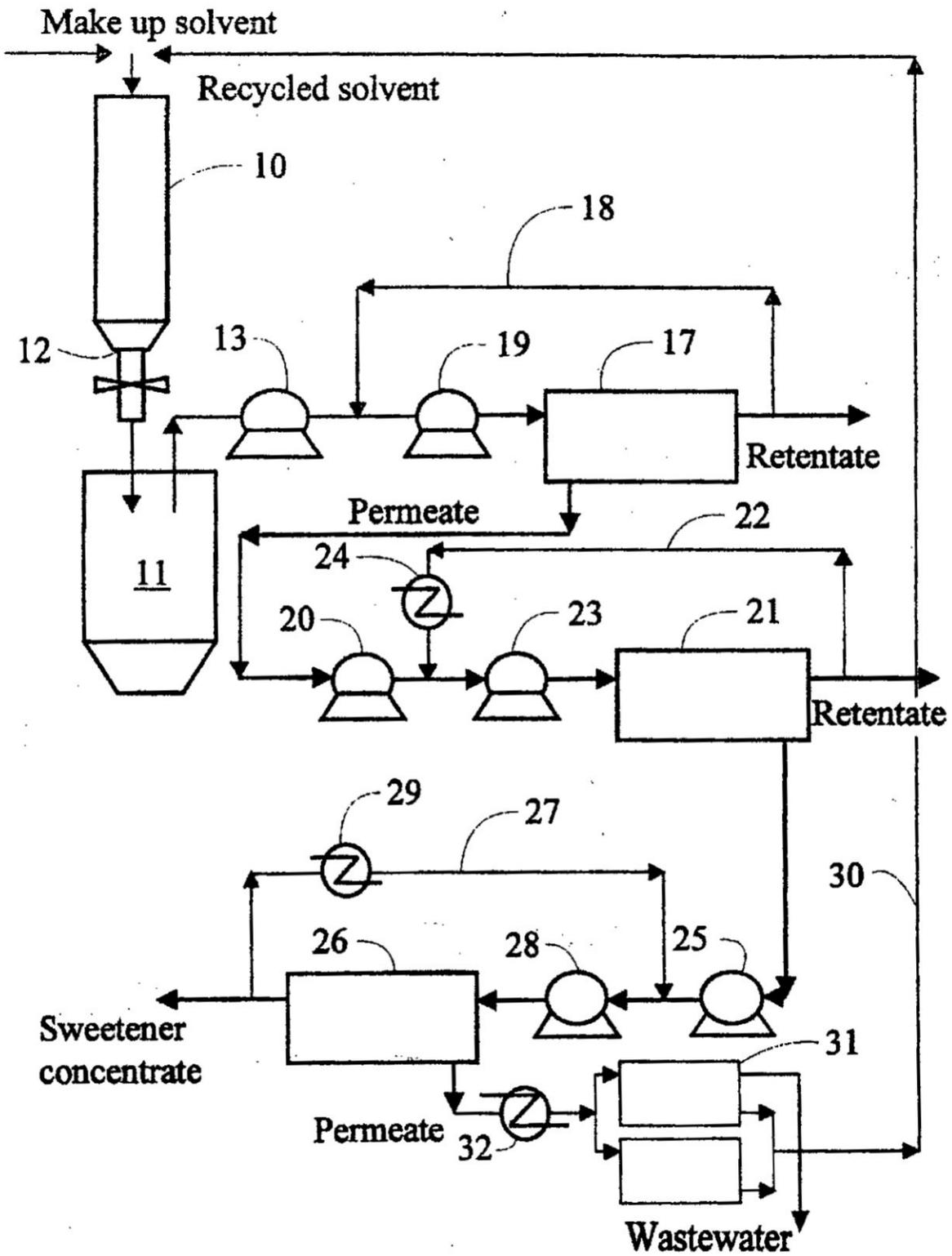


Fig. 1

21

## EXTRACTION OF SWEET COMPOUNDS FROM *STEVIA REBAUDIANA BERTONI*

This application claims benefit of provisional application 60/053,024 filed Jul. 19, 1997, now abandoned.

### BACKGROUND OF THE INVENTION

This invention relates to a process for separating and recovering sweet compounds from plant materials of *Stevia rebaudiana Bertoni* by aqueous extraction and membrane separation.

The sweet compounds in *Stevia* have been identified by Kinghom and Soejarto, 1985, as including stevioside, rebaudioside A(RA), rebaudioside B(RB), rebaudioside C(RC), ducloside A and ducloside B.

### DESCRIPTION OF THE PRIOR ART

Extraction of components of value from plant material e.g. plant leaves for food and pharmaceuticals is widely practiced. Most of these processes use extraction by hot water and/or organic solvents for isolation of a particular compound or refining a class of compounds from the complex mixture.

There have been several studies describing the extraction and purification of sweeteners from the dried leaves of *stevia* plant (Adduci et al., 1987; Yokohama and Sugiyama, 1990; Liu et al., 1991). These conventional methods use large amounts of organic solvents and chemicals for refining natural source sweeteners. Also, Giovanetto, 1990 has patented a rather complicated process utilizing several unit operations including water extraction at room temperature to 65° C., a first strongly acidic ion exchange, followed by a second weakly basic ion exchange for refining steviosides.

### SUMMARY OF INVENTION

It is an object of the current invention to simplify and enhance the process of separating and recovering of sweet compounds from plant material of *Stevia rebaudiana Bertoni*.

It is another object of the invention to enhance the separation of sweet compounds while minimizing the separation of undesirable bitter tasting compounds.

The invention generally relates to the optimization of water extraction from plant material of *Stevia* and subsequent filtration treatment. Preferably, the extract is pre-treated to clarify the extract e.g. by microfiltration. The clarified extract is then processed by a selected ultrafiltration membrane. The experimental conditions are optimized to elute the majority of the sweet compounds of interest. The permeate from this stage is then processed by a nanofiltration membrane at elevated temperatures. Both ultrafiltration and nanofiltration are preferably conducted in the diafiltration mode. Once most of the undesirable components are eluted, the feed is concentrated for final recovery of the sweet compounds of interest.

The diafiltration mode involves using extra extraction solvent to further process the retentate by washing out additional permeable compounds i.e. the desired sweet compounds (when using an ultrafiltration membrane to remove higher molecular weight substances), or washing out undesirable impurities (when using a nanofiltration or reverse osmosis membrane, to remove lower molecular weight substances).

According to the invention a process is provided for the extraction of sweet compounds from *Stevia rebaudiana Bertoni*, comprising

- (a) providing an extraction column, the column being vertically disposed and having a top opening for receiving plant material and extraction solvent, and a bottom opening for discharging extract,
- (b) adding substantially dry *Stevia* plant material to the column to form a bed,
- (c) adding an aqueous extraction solvent at a temperature of 0 to 25° C. to the column, to provide a controlled-plant material:solvent ratio in the range of 0.02:1 to 0.1:1 w/w,
- (d) removing from the column an extract including the sweet compounds,
- (e) passing the extract through an ultrafiltration membrane having a pore size defined by a molecular weight cut-off(mwco) of 2 to 3 kDa, at a trans-membrane pressure of 200 to 700 kPa,
- (f) passing the permeate including the sweet compounds, at a controlled temperature in the range of 50 to 85° C. through a high temperature nanofiltration membrane having a pore size defined by a molecular weight cut-off(mwco) of 200 to 600 Da, at a trans membrane pressure of 600 to 1300 kPa, and
- (g) recovering the retentate including the sweet compounds.

### BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

FIG. 1 is a flow diagram, illustrating a process according to the invention.

FIG. 2 is a schematic illustration in section of an extraction column used in a process according to the invention.

### DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENTS

Preferably, the plant material is leaves which have been pre-dried. It has also been found that if the leaves are comminuted to a small substantially uniform size of from 10 to 40 mm, most preferably about 20 mm, extraction of the sweet compounds of interest is enhanced. The comminuted leaves also provide a good filter bed for removal of larger debris and reduce the chances of plugging the column. The amount of extraction solvent is also reduced. However, we have found that if the leaves are ground to a powder, the column becomes plugged.

We have also found that for low temperature operation i.e. at the lower end of the operating range i.e. 0 to 10° C., temperature control is improved by the addition to the column of ice chips, along with the dry leaves.

For enhanced selectivity of separation of the desirable sweet compounds, the temperature of the extraction solvent is preferably in the range of 2 to 6° C., most preferably about 4° C. At these lower temperatures, extraction of the undesirable higher molecular weight bitter compounds is lower than at higher temperatures.

The amount of the solvent and the leaf:solvent ratio are also controlled to enhance selectivity. We have found that with less leaf material, higher amounts of undesirable compounds are eluted. Also, if too much leaf material is added, the yield of the desirable sweet compounds decreases. Accordingly, a balance is needed. A leaf:solvent ratio of 0.03 to 0.10, by weight, has been found to be useful. The preferred water:leaf ratio is about 0.05:1.

The solvent flow rate/residence time is also significant. A flow rate in the range of 24-30 ml/minute has been found to be useful for the column dimensions used in the examples. This provides a residence time of 10 to 20 minutes.

21

Although all of the extraction data in our examples has been generated with gravity flow, it may also be desirable, particularly if a continuous process is employed, to use a pressurized spray to feed the extraction solvent into the column. A positive pressure will assist the control of the downflow and the residence time in the column. Pressures of about 140 kPa will suffice.

Further, extraction of the sweet compounds is also enhanced by lowering the pH of the extraction water to the acid range i.e. about 2-4, preferably about 2. See Table 1, below. Also, at this pH, the solubility of some of the higher molecular weight undesirables such as proteins is lower, so they are excluded from the extract containing the sweet compounds. This is done by adding to the solvent a source of the phosphate ion e.g. from phosphoric acid. Others ions such as sulphate and calcium could also be used. The addition of phosphate also enhances the value of the retained leaf material as animal fodder.

TABLE 1

The effect of solvent pH on the stevioside extraction		
pH	Stevioside ppm	*Optical abs. of pigment at 420 nm
7.0	8000	9.0
2.0	8100	5.9
9.0	7900	8.0

\*Reference "Studies on the non-stevioside components of stevia extracts" Tang-Feng Cheng and Wei-Hsien Chang, National Science Council Monthly, Vol. XI, No. 2 February 1983.

Table 1 shows that less pigment was extracted at pH 2, while the stevioside extraction was almost the same among the solvent pH of 2, 7 and 9. Phosphoric acid was used to adjust pH to 2.

The aqueous extraction solvent is preferably water, and where sources of good quality water are not available, the use of reverse osmosis(RO) water or distilled water is recommended.

Respecting the operation of the process of this invention, as seen in FIGS. 1 and 2, an extraction column 10 is provided, and disposed vertically. The top of the column is open for receiving plant materials and extraction solvent. The plant material settles to the bottom and forms a bed of material 14 which acts as a filter for removal of larger debris. The bottom includes an opening 12 for removal of extract. The column is typically a glass column.

A feed vessel 11 may be used to collect the extract.

The plant leaf material is pre-dried by conventional means and comminuted to a small substantially uniform size of about 20 mm diameter. This material is added to the column. Ice chips are then added to the column for temperature control, if low temperature operation (0 to 10° C.) is involved.

Extraction water is then added to the column e.g. by pressurized spraying to assist the downward flow without disturbing the leaf bed. The pH of the water may be lowered by to 2-4.

Batch extraction in water is done in the temperature range of 0-25° C. It will be appreciated that a continuous operation could also be employed, e.g. by using several columns, and while one is being drained, the next one is being filled, without departing from the concept of the invention.

Preferably, the extract from the column 10 is then pre-treated by filtering through a ceramic microfilter 17 (average pore size 0.02-0.20 μm). This unit operation clarifies the

extract by removing pigments absorbing at 420 nm and other higher molecular weight materials. Pigments absorbing at 670 nm are not removed significantly. Selecting proper pre-treatment can also reduce fouling propensities of ultrafiltration membranes. Positive feed pressure (100 to 200 kPa) is provided by a feed pump 13. A diafiltration loop 18 is also preferred, with pressure being provided by a re-circulation pump 19. Other pre-treatment means, such as by the addition of a polymeric adsorbent e.g. polyacrylamide, and/or lime addition is also contemplated.

The permeate is then fed to a caustic stable e.g. polysulfone based, ultrafiltration membrane 21 operating at optimized conditions including a mwco of 2-3 Kda, preferably about 2.5 Kda, to remove higher molecular weight impurities (proteins, pectins and pigments) and allowing the permeation of the desired sweet compounds. Positive feed pressure is provided by a pump 20. Preferably, a diafiltration loop 22 is provided, with pressure assist from a re-circulation pump 23.

The temperature of the feed is controlled by temperature control means e.g. heat exchanger 24 located in the diafiltration loop 22 i.e. in the range of 10 to 65° C. Room temperature is preferred, to save energy. It has been found that the pore size of the membrane may be controlled by controlling the feed temperature. It has also been found that temperature control of the feed for this step is not as significant as in the following nanofiltration step.

The permeate flux is also controlled i.e. in the range of 35 to 65 LMH.

Trans-membrane pressure is in the range of 200 to 700 kPa.

Also, the feed flow rate is in the range of 75 to 300 LMH.

The permeate is then fed to a nanofiltration (NF) membrane 26 that is designed to operate at higher than normal temperatures (up to 85° C.). Reverse osmosis(RO) membranes can also be used, since they behave like a nanofiltration membrane at room temperature and their pores open at higher temperature. Useful membranes include Duratherm™, Desalination/Osmotics or equivalents. Positive feed pressure is provided by a pump 25.

By varying the temperature (in the range of 45° to 85° C.) of the feed stream to be treated by temperature control means e.g. heat exchanger 29 located in the diafiltration loop 27, the porosity of the membranes were altered and this characteristic is utilized to remove as permeate undesirable compounds that impart bitter-aftertaste to the sweet compounds, while the retentate includes the sweet compounds. Preferably, the mwco of the membrane is adjusted to about 400 Da.

Preferably, a diafiltration loop 27 is provided, with pressure assist from a recirculation pump 28.

The diafiltration volume is in the range of 2 to 4 times the original feed volume.

Trans-membrane pressure is in the range of 500 to 1300 kPa.

The permeate flux is in the range of 25 to 45 LMH.

The retentate comprising the desirable sweet compounds is then recovered as a concentrate and may then be dried to a powder e.g. by spray- or freeze-drying.

To reduce water consumption, a re-cycling loop 30, including filter means (e.g. conventional RO membrane) 31, is provided to clarify the permeate. The temperature of the permeate is reduced to typical operating temperature for such membranes and to cool the clean water to the preferred low feed temperatures, by heat exchanger 32 provided in the recycle loop.

24

The following examples illustrate the practice of the present invention but should not be interpreted as limiting its scope.

The experimental procedure for all the tests were summarized as following:

#### Experimental Procedure

##### Equipment

The UF system used was SEPA CF (Osmonics) with effective membrane area of 0.0155 m<sup>2</sup>. The microfiltration system used was zirconia microfiltration system with effective membrane area of 0.0055 m<sup>2</sup>. The nanofiltration module was a NF spiral membrane module (40x40 module, membrane area of 7 m<sup>2</sup>). The temperature of the feed was controlled by a heat exchanger. Each membrane unit consists of a cylindrical stainless housing. The supplier of the membrane was U.S. Filter. The membrane pore size were 0.035, 0.080 and 0.2 μm respectively.

Nitrogen blankets were applied for the feed tank or permeate tank in order to prevent air oxidation of feed/permeate.

##### Feed Materials

Royal Sweet International Ltd. provided the dried leaves of *Stevia rebaudiana* cultivated in China and Ontario, Canada, respectively.

##### Analytic Methods

###### Apparatus

Liquid chromatographic separations were conducted using a HP 1090 Liquid Chromatograph equipped with a diode array detector. Separations were carried out on a 5 μm CSC-SIL 80A/Amino column (Chromatography Sciences Company 25 cmx0.46 cm ID). Peak areas were determined by electronic integration. The operating conditions for HPLC were: mobile phase acetonitrile:water (82:18) buffered at pH 6.7 (pH 6.7 buffer solution was prepared by dissolving 1.0 g of sodium acetate and 0.1 g of acetic acid into 2 L of acetonitrile water mixture); flow rate 1.5 mL/min; column temperature 28° C.; injection volume 20 mL, and detector wavelength 210 nm for steviosides and 234 nm for impurities. Standard solutions were injected into the column and its retention time was determined. Beer's law standard curves were obtained by injecting different quantities of stevioside, Rebaudioside A and Rebaudioside C in the concentration of 80 ppm, 240 ppm and 600 ppm, respectively.

###### Sample Preparation

Two mL of aqueous sample, 15 mL of acetonitrile, 2.5 mL of buffer solution (5 g of sodium acetate, 0.5 g of Glacial acetic acid and water were added up to 1 L) and water were added into a 25 mL flask. On standing overnight and centrifuged, there were two phases observable at this stage, however only the top liquid phase was used for HPLC analysis.

The pigment in the solution was analyzed by measuring the optical absorbencies at 420 nm (A420) and 670 nm (A670), the wavelengths of pigments maximum absorbencies, using a spectrophotometer (Spectronic Genesis 2).

##### Membrane Characterization

Prior to the feed tests, all the UF membranes were characterized by 200 ppm solution of PEG of 3 kDa molecular weight. Operating pressure was 276 kPa and temperature was 22-24° C. The NF membranes were characterized by 200 ppm solution of PEG of 400 Da molecular weight at an operating pressure of 585 kPa and a temperature of 20, 40, 60 and 70° C.

##### Membrane Cleaning

The membranes were cleaned in place after each test using a recycling technique. In this technique the membranes were first flushed with tap water at room temperature.

The membranes were then washed with 0.2 N NaOH for 30 minutes. Finally, the system was thoroughly flushed with room temperature distilled water. In some circumstances, membranes were soaked in 1.5% Ultrasil™ 53 solution overnight. (The powdered enzymatic detergent membrane cleaner, Ultrasil™ 53 was chosen because it is authorized by the U.S. Department of Agriculture for use in Federally inspected meat and poultry plants as a cleaner for reverse osmosis and ultrafiltration membranes.) Thoroughness of the cleaning was tested by measuring the pure water permeate rate after 30 minutes. The system was deemed clean when this was not significantly different from the pure water permeation rate of an unexposed membrane.

#### EXAMPLES

##### Extracting Runs

A carefully weighed amount of dried leaves were placed in a standard glass column (0.6 m long and 28 mm ID). Reverse osmosis or distilled water maintained at 4 or 25° C. was used for extraction products from leaves at different water to leaf ratios. The following examples are for the case of a leaf to water ratio of 0.05 w/w. The extracts from the column were analyzed by HPLC as described above for determining the concentration of sweeteners. Typical results at two different extracting temperatures are shown below:

Composition of extract produced using extraction water of varying temperatures

TABLE 2

Temperature ° C.	Concentration, mg/L			Optical* Absorption Of pigment at 420 nm
	Stevioside	RC	RA	
4	197	21.7	57.6	2.3
25	245	27.9	73.6	3.2

RC — Rebaudioside C;

RA — Rebaudioside A;

\*Reference "Studies on the non-stevioside components of stevia extracts" Thag-Feng Cheng and Wei-Hsien Chang, National Science Council Monthly, Vol. XI, No. 2 February 1983.

##### Pretreatment Runs

A U.S. Filter laboratory scale ceramic microfiltration membrane (pore size 0.035 μm; surface area 0.005 m<sup>2</sup>) was used for pre-treatment. These membranes did not retain the compounds of interest, and provided a retentate including higher molecular weight compounds, emulsions, suspended solids and pigments measured at 420 nm. The following table illustrates a typical example of high percentage recoveries of various sweeteners with MF treatment without diafiltration at a trans-membrane pressure of 104 kPa for cold water (4° C.) extracted sample.

TABLE 3

Pore size, μm	Recoveries, %		
	Stevioside	RC	RA
3.5	78.3	77.4	77.8
8.0	74.8	81.8	79.0

##### Ultrafiltration Runs

Permeate from MF pre-treatment in the present example was processed by a polysulfone based ultrafiltration membrane with a nominal molecular weight cut-off of 2.5 kilo Daltons at a trans-membrane pressure of 440 kPa at 22° C. The circulation velocity is 0.6 m/s. The following table illustrates that concentration of stevioside decreases with increase in diafiltration volume. There is no significant fouling of membranes as indicated by enhanced permeation rates during the experiment.

24

TABLE 4

Diafiltration volume	Concentration, g/L Stevioside	Permeation rate, LMH
0	1.51	35
2.0	0.75	47
3	0.25	64
4	Not detected	65

LMH — liters per square meter per hour

#### Nanofiltration Runs

Permeate stream from ultrafiltration treatment heated to about 80° C. was treated by a commercial nanofiltration membranes (mwco 400 Da) designed to operate up to 80° C. temperatures. The concentration of the permeate is done very effectively by nanofiltration membrane operating at a trans-membrane pressure of 517 kPa and at a temperature of 80° C. in diafiltration mode. For example, it was shown that at 80° C. the amounts of impurities absorbing at 420 nm (the components that are not identified as sweeteners) in the retentate was reduced by about 55% while no sweeteners were detected in the permeate stream. At 50° C., the amount of impurities in the retentate is reduced by about 89%. Accordingly, at higher temperatures, more of the undesirable bitter compounds will remain in solution and pass through the nanofilter. The higher temperature is therefore preferred.

We claim:

1. A process for the extraction of sweet compounds from *Stevia rebaudiana Bertoni*, comprising

(a) providing an extraction column, the column being vertically disposed and having a top opening for receiving plant material and extraction solvent, and a bottom opening for discharging extract,

(b) adding substantially dry Stevia plant material to the column to form a bed,

(c) adding an aqueous extraction solvent at a temperature of 0 to 25° C. to the column, to provide a controlled plant material: solvent ratio in the range of 0.02:1 to 0.1:1 w/w,

(d) removing from the column an extract including the sweet compounds,

(e) passing the extract through an ultrafiltration membrane having a pore size defined by a molecular weight cut-off (mwco) of 2 to 3 k Da, at a trans-membrane pressure of 200 to 700 kPa,

(f) passing the permeate including the sweet compounds, at a controlled temperature in the range of 50 to 85° C. through a high temperature nanofiltration membrane having a pore size defined by a molecular weight

cut-off of 200 to 600 Da, at a trans-membrane pressure of 600 to 1300 kPa, and

(g) recovering the retentate including the sweet compounds.

2. A process according to claim 1, wherein following step (e) a diafiltration step is performed, and wherein the permeate including additional sweet compounds is passed to step (f).

3. A process according to claim 2, wherein after step (f), a diafiltration step is performed, to provide additional retentate including the sweet compounds.

4. A process according to claim 3, wherein the diafiltration volume is 2 to 4 times the feed volume.

5. A process according to claim 3, wherein following step (d), the extract is passed through a microfiltration membrane of pore size in the range of 0.02 to 0.20  $\mu\text{m}$  at a trans-membrane pressure of 100 to 200 kPa.

6. A process according to claim 5, wherein the process is continuous, and wherein step (c) the solvent is added by pressurized spray.

7. A process according to claim 4, including the additional step of diafiltration.

8. A process according to claim 7, wherein step (e), the extract is provided at a controlled temperature of 10 to 65° C.

9. A process according to claim 8, wherein step (c) the temperature of the solvent is 2 to 6° C.

10. A process according to claim 8, wherein step (c) the pH of the aqueous solvent is lowered to 2 to 4.

11. A process according to claim 10, wherein the pH is lowered by the phosphate ion.

12. A process according to claim 11, wherein the pH is about 2 and the temperature is about 4° C.

13. A process according to claim 8, wherein step (a), the residence time in the column is 10 to 20 minutes.

14. A process according to claim 13, wherein the aqueous solvent is water, and wherein the plant material comprises pre-dried leaves.

15. A process according to claim 13, wherein step (e) the temperature of the feed is room temperature.

16. A process according to claim 15, wherein step (f) the temperature of the feed is about 80° C.

17. A process according to claim 16, wherein step (e) the molecular weight cut-off of the membrane is about 2.5 kDa.

18. A process according to claim 17, wherein step (f) the molecular weight cut-off of the membrane is about 400 Da.

19. A process according to claim 14, wherein the leaves are comminuted to a size of 10 to 40 mm.

20. A process according to claim 19, wherein step (c) the leaf: water ratio is about 0.05:1 w/w.

\* \* \* \* \*

**ANEXO N° 2 : DIRECCIÓN GENERAL DE COMPETITIVIDAD AGRARIA  
(PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN EL PERÚ)**



**Dirección General de Competitividad Agraria**

Dirección de Información Agraria

www.minag.gob.pe  
Jr. Yauyos 258- Lima  
2098800

1ra Edición: Mayo 2013

**Colaboración:**

Ing. Franco Oviedo Angüis  
Especialista en Agronegocios y Mercado.

Ing. Luis Casanova Gálvez.  
Especialista en Cadenas y Territorios.

Fotos: Extraídas de internet.

Centro de Documentación Agraria-CENDOC  
Jr. Yauyos 262. Lima  
cendoc@minag.gob.pe

2098800 (2255)

Prohibida la reproducción parcial o total, por cualquier medio o método de este libro sin previa autorización del Ministerio de Agricultura.

*DM*



## Caña de Azúcar

### Principales Aspectos de la Cadena Agroproductiva

#### Introducción

La industria productiva de la caña de azúcar así como la azucarera nacional ha venido experimentando diversas etapas de crecimiento y contracción, por diversos factores: climáticos, productivos y en algunos casos modificaciones de la normatividad del sector básicamente en la tenencia de la propiedad para el caso de las empresas azucareras. Todo esto ha afectado de mayor o menor grado la producción de caña y por consiguiente la producción de azúcar en el Perú.

Durante el periodo 1943-1968, la producción de caña de azúcar y azúcar refinada estaba en manos de las haciendas azucareras. En este periodo, la producción siguió una tendencia de crecimiento sostenido y mostró una tasa de crecimiento promedio de 2,92%, alcanzando un máximo de 7,23 millones de TM de caña de azúcar en su último año<sup>1</sup>.

Durante el proceso de la reforma agraria se originó una caída en la producción azucarera, lo que generó un caos productivo y social, siendo el colapso económico y financiero casi total, con adjudicaciones de deudas impagadas e incremento exagerado de trabajadores que hacían improductivas a las empresas.

Así el 13 de marzo de 1996 se promulga el Decreto Legislativo N° 802 "Ley de Saneamiento Económico Financiero de las Empresas Agrarias Azucareras", cuyo principal objetivo es la reactivación económica y saneamiento financiero de las empresas agrarias que realizan actividades agrícolas y/o agroindustriales azucareras<sup>2</sup>.

Bajo este decreto legislativo sumado a otras resoluciones supremas, el Estado Peruano comenzó la reactivación económica-financiera de las cooperativas azucareras, con el traspaso de la propiedad que mantenía el Estado en las diferentes cooperativas agrarias, mediante el proceso de promoción de la inversión privada, es decir la venta de acciones en subastas públicas, para lo cual distintas empresas peruanas como extranjeras adjudicaron la propiedad de las mismas.

<sup>1</sup> Maximixe Consult S.A., 2011.

<sup>2</sup> La Industria Azucarera Nacional 1999-2006, Ministerio de Agricultura

*gll*



## 2. Importancia Agroeconómica de la Caña de Azúcar en el Perú

La caña de azúcar considerada uno de los principales cultivos agroindustriales en el Perú, genera un aporte importante al valor bruto de la producción agropecuaria y en especial en el subsector agrícola.

Es por esto que a diciembre del año 2012 el VBP agropecuaria señala un monto de 22,226 millones de nuevos soles, el subsector agrícola con 13,070 millones de nuevos y la caña de azúcar aportó aproximadamente 704.3 millones de nuevos soles, con un crecimiento del 4.9% con respecto al año 2011. Ver cuadro N° 1.

**Cuadro N° 1: VBP Agropecuario de la Caña de Azúcar**

Indicador	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Sector Agropecuario	13,678	13,969	13,914	14,616	15,819	16,282	17,416	17,889	18,719	21,158	22,226
Subsector Agrícola	8,655	8,795	8,595	8,931	9,668	9,803	10,558	10,642	11,178	12,426	13,070
Caña de Azúcar	520.3	548.6	432.4	384.6	441.3	504.0	577.5	612.7	606.8	671.5	704.3
Variación (%)		5.4%	-21.2%	-11.1%	14.8%	14.2%	14.6%	6.1%	-1.0%	10.7%	4.9%

Fuente: MINAG-OEEE

Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

La participación de la caña de azúcar en el VBP Agropecuario a diciembre del año 2012 se registró aproximadamente con el 3.17% y del subsector agrícola con 5.39%. Se ha determinado que unos 492,064 peruanos<sup>3</sup> aproximadamente dependen directa e indirectamente del desarrollo de la actividad azucarera en el Perú.

El incremento de la producción local ha implicado que el Perú sustituya a mejores precios y calidades las importaciones de azúcar que se destinaban al segmento industrial. Ver cuadro N° 2 y gráfico N° 1.

**Cuadro N° 2: Participación de la Caña de Azúcar en el VBP Agrícola (%)**

Indicador	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Sector Agropecuario	3.80%	3.93%	3.11%	2.63%	2.79%	3.10%	3.32%	3.43%	3.24%	3.17%	3.17%
Subsector Agrícola	6.01%	6.24%	5.03%	4.31%	4.56%	5.14%	5.47%	5.76%	5.43%	5.40%	5.39%

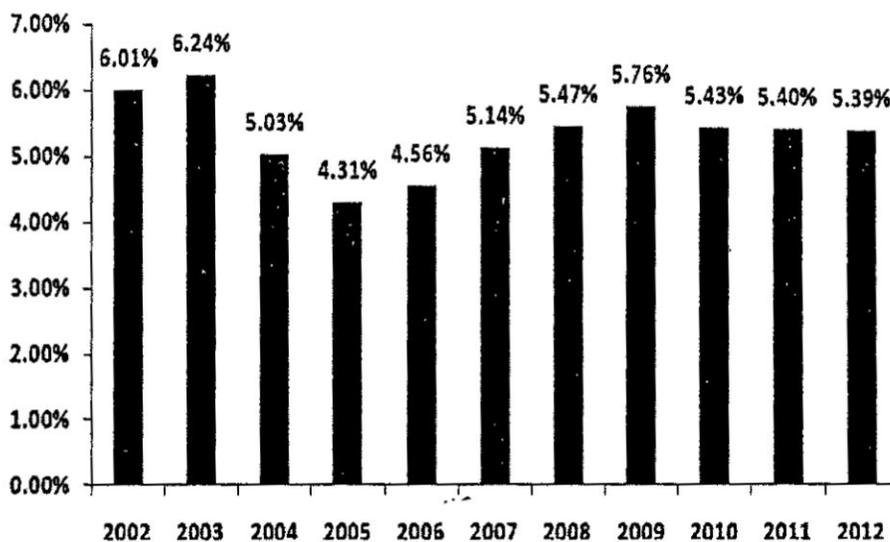
Fuente: MINAG-OEEE

Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

<sup>3</sup> Fuente: Asociación Peruana de Productores de Azúcar



Gráfico N° 1: Participación de la Caña de Azúcar en el VBP del Subsector Agrícola (%)



Fuente: MINAG-OEEE  
Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

### Superficie Cosechada (ha)

El cuadro señala que existen unas 81,149 hectáreas cosechadas a diciembre del año 2012, superior en un 1.3% con respecto al mismo periodo del año anterior. Esta es la mayor superficie registrada en los últimos 30 años en el Perú. Este crecimiento en la superficie cosechada se debe fundamentalmente por el mayor consumo de los derivados de este cultivo, azúcar rubia como blanca, así como en la producción de alcohol y etanol. Caso similar se registró en el año 2009 con un 9.0% con respecto al año 2008. Ver cuadro N° 3.

Cuadro N° 3: Superficie Cosechada de Caña de Azúcar (ha)

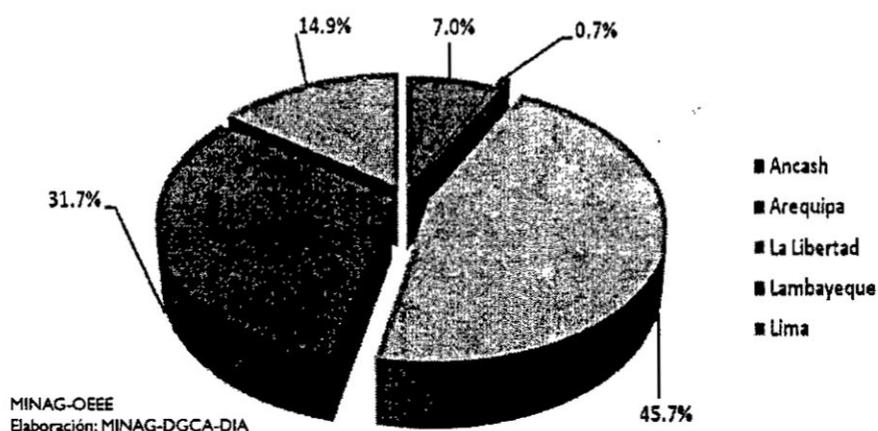
Departamentos	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Ancash	5,879	5,591	5,588	5,955	5,105	5,174	5,132	5,684
Arequipa	670	664	769	903	690	638	539	599
La Libertad	24,760	27,056	29,135	28,731	32,367	34,235	37,454	37,067
Lambayeque	18,061	20,047	20,002	21,609	25,927	26,773	25,317	25,710
Lima	12,179	12,488	12,459	11,928	11,260	10,163	11,627	12,089
<b>Total</b>	<b>61,549</b>	<b>65,846</b>	<b>67,953</b>	<b>69,126</b>	<b>75,349</b>	<b>76,983</b>	<b>80,069</b>	<b>81,149</b>
Var %		7.0%	3.2%	1.7%	9.0%	2.2%	4.0%	1.3%

Fuente: MINAG-OEEE  
Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

Los departamentos que concentran la mayor superficie cosechada al año 2012, son La Libertad con el 45.7% y Lambayeque con el 31.7%, ambos concentran el 77.4% de la superficie cosechada nacional. Los demás departamentos concentran el 22.6%, esto es Lima con 14.9%, Ancash con 7.0% y Arequipa con 0.7% respectivamente.

*Handwritten signature or initials.*

Gráfico N° 2: Participación Departamental en la Superficie Cosechada (%), Año 2012



Como se aprecia en el cuadro N° 4, las cosechas de caña de azúcar se dan en todo el año, no registra un mes con gran participación. A su vez las siembras también son todo el año siempre y cuando exista disponibilidad del recurso hídrico en las diferentes zonas productoras. Para el caso del calendario de cosechas solo los meses de septiembre, noviembre y diciembre tienen participaciones del 9.6%, 10.5% y 9.6% mayores que en el resto de meses. Ver cuadro N° 4.

Cuadro N° 4: Calendario de Cosechas, Año 2011 (%)

Sup Cosechada	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Set	Oct	Nov	Dic	Total
2012	7,371	6,351	6,445	5,781	5,520	5,184	6,096	6,979	7,702	7,643	8,390	7,688	81,149
(%)	9.2%	7.9%	8.0%	7.2%	6.9%	6.5%	7.6%	8.7%	9.6%	9.5%	10.5%	9.6%	100%

Fuente: MINAG-OEEE  
Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

Cuadro N° 5: Superficie Cosechada por Empresa (ha)

Departamentos/Empresas	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011 <sup>1/</sup>	2012 <sup>2/</sup>
Lambayeque								
Pucallá	0	5,432	4,850	6,891	7,905	8,462	8,002	7,332
Tumán	11,294	7,441	9,252	8,518	9,545	10,044	9,497	9,458
Pomacocha	6,767	7,174	5,900	5,732	7,837	7,856	7,429	8,528
A. del Norte (Ex-Cayalti)	0	0	539	469	640	412	389	392
La Libertad								
Casa Grande	10,738	12,212	12,326	11,527	11,526	13,088	14,319	14,812
Cartavio	7,655	7,612	9,064	9,044	11,919	12,371	13,534	12,251
Laredo	6,367	7,232	7,745	8,160	8,921	8,776	9,601	10,004
Ancash								
San Jacinto	5,879	5,591	5,588	5,955	5,105	5,174	5,132	5,684
Lima								
Paramonga	7,300	7,679	7,939	7,665	8,839	9,308	10,649	9,899
Andahuasi	4,879	4,810	4,519	4,263	2,421	855	978	2,190
Arequipa								
Chucarapi	670	664	769	903	690	638	539	599
<b>TOTAL</b>	<b>61,549</b>	<b>65,847</b>	<b>68,491</b>	<b>69,127</b>	<b>75,348</b>	<b>76,983</b>	<b>80,069</b>	<b>81,149</b>

Fuente: MINAG-OEEE  
Elaboración: MINAG-DGCA-DIA  
<sup>1/</sup> Estimación de acuerdo a la participación departamental  
<sup>2/</sup> Datos preliminares según OEEE

*DH*



La superficie cosechada a nivel de empresas al año 2012, muestra unas 81,149 hectáreas cosechadas aproximadamente. Las empresas Casa Grande, Cartavio, Laredo, Paramonga, Tumán y Pomalca tuvieron en conjunto una participación del 80.0% de la superficie cosechada a nivel nacional. El resto de empresas participaron con el 20.0%. Aquí también se encuentran productores independientes que tienen áreas sembradas de caña de azúcar que al momento de cosechar realizan la molienda en las empresas azucareras que les brindan tal servicio.

## Producción (t)

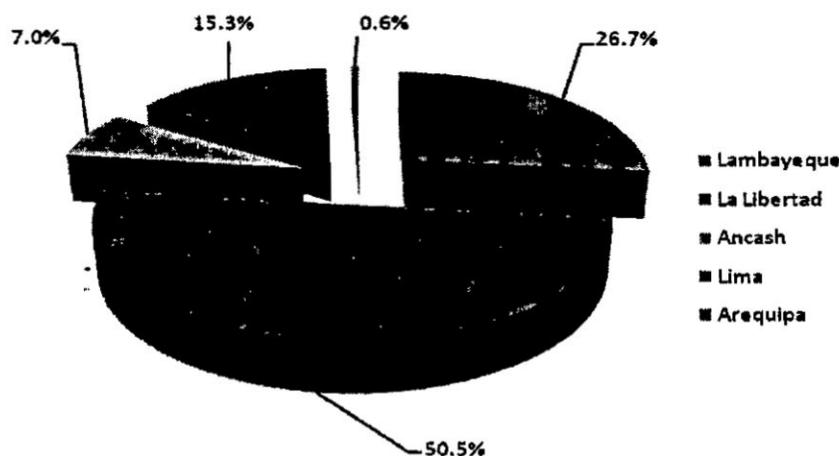
La producción de caña de azúcar viene creciendo a una tasa promedio de 1.8% en los últimos diez años entre el periodo 2002-2011. La mayor producción histórica de caña de azúcar se dio en el año 2012 con 10,368,866 toneladas producidas.

Cuadro N° 6: Producción de Caña de Azúcar (t)

Departamentos	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Lambayeque	1,274,400	1,689,427	2,111,538	2,689,532	2,982,819	2,824,848	2,748,163	2,767,051
La Libertad	2,888,892	3,284,025	3,760,283	4,345,865	4,807,415	4,911,755	4,977,202	5,234,476
Ancash	512,587	585,778	613,892	628,015	519,197	578,284	663,722	722,001
Lima	1,545,207	1,591,248	1,681,884	1,641,862	1,560,444	1,293,061	1,445,758	1,582,958
Arequipa	82,979	95,354	116,090	90,685	67,069	52,947	50,091	62,380
<b>TOTAL</b>	<b>6,304,065</b>	<b>7,245,833</b>	<b>8,283,686</b>	<b>9,395,959</b>	<b>9,936,945</b>	<b>9,660,895</b>	<b>9,884,936</b>	<b>10,368,866</b>

Fuente: MINAG-OEEE  
Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

Gráfico N° 3: Participación Departamental en la Producción de Caña de Azúcar (%), Año 2012



Fuente: MINAG-OEEE  
Elaboración: MINAG-DGCA-DIA

El departamento con mayor producción es La Libertad con una participación del 50.5%, le sigue Lambayeque con un 26.7%, Lima con 15.3%, Ancash con 7.0% y Arequipa con 0.6% respectivamente.

La producción a nivel de empresas productoras de caña de azúcar está concentrada en el norte del país, específicamente en La Libertad y Lambayeque con participaciones cercanas a los 80.1%, siendo siete empresas las que produjeron aproximadamente 7,736,063 toneladas en el año 2010.

*gll*

## ANEXOS N° 03

### RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

#### 1. Definición

Las resinas de intercambio iónico son materiales sintéticos, sólidos e insolubles en agua, que se presentan en forma de esferas o perlas de 0,3 a 1,2 mm de tamaño efectivo, aunque también las hay en forma de polvo.

Están compuestas de una alta concentración de grupos polares, ácidos o básicos, incorporados a una matriz de un polímero sintético (resinas estirénicas, resinas acrílicas, etc.) y actúan tomando iones de las soluciones (generalmente agua) y cediendo cantidades equivalentes de otros iones. La principal ventaja de las resinas de intercambio iónico es que pueden recuperar su capacidad de intercambio original, mediante el tratamiento con una solución regenerante.

#### 2. Proceso de intercambio iónico

El intercambio iónico es una reacción química reversible, que tiene lugar cuando un ión de una disolución se intercambia por otro ión de igual signo que se encuentra unido a una partícula sólida inmóvil. Este proceso tiene lugar constantemente en la naturaleza, tanto en la materia inorgánica como en las células vivas.

Las resinas de intercambio iónico poseen un radical fijo y un ión móvil o ión de sustitución. El ión móvil es el ión que es intercambiado por iones que desean eliminarse de la solución y este intercambio sólo funciona entre iones de igual carga eléctrica: cationes por cationes y aniones por aniones.

En general las resinas de intercambio iónico operan en columnas, para favorecer el proceso de intercambio, parecido a la destilación o la destilación en bandejas. La reacción de intercambio se desplaza en el lecho de resina, generalmente hacia los niveles inferiores.

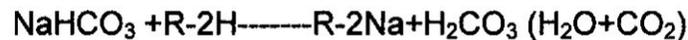
#### 3. Tipos de resinas de intercambio iónico

Las resinas de intercambio iónico pueden ser de los siguientes tipos:

intercambiador catiónico de ácidos fuertes, intercambiador aniónico de bases fuertes, descarbonatador e intercambiador aniónico de bases débiles. No todas las unidades de intercambio iónico tienen todos los equipos que se describen; esta descripción se hace para tener una idea completa, en caso de ser necesario.

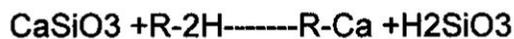
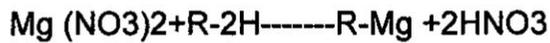
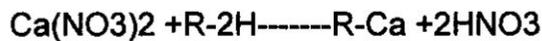
**a. Filtro de carbón activado:** se usa para la eliminación del cloro residual del agua a desmineralizar. De no removerse el cloro residual, este producirá oxidación que degradará las resinas, siendo mayor la degradación cuando el cloro residual sobrepasa las concentraciones de 0,1 ppm de cloro libre.

**b. Intercambiador catiónico de ácidos débiles:** estas resinas fijan los cationes de calcio, magnesio, sodio y potasio de los bicarbonatos, y liberan ácido carbónico; los cationes unidos a los aniones sulfatos, cloruros y nitratos no son intercambiados. Si consideramos a las resinas de intercambio catiónico como R-2H, con R como radical fijo y H como ión de sustitución, tendremos las siguientes reacciones (de acuerdo a los cationes presentes).



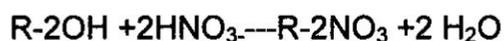
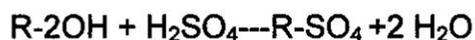
**c. Intercambiador catiónico de ácidos fuertes:** estas resinas fijan los cationes que están unidos a los iones cloruros, nitratos, sulfatos y silicatos, quedando en el agua los ácidos de las sales inicialmente presentes en el agua, de acuerdo al siguiente detalle:





**.d. Intercambiador aniónico de bases débiles:** fijan los aniones de los ácidos fuertes como sulfatos, cloruros y nitratos, pero no los aniones débiles del ácido carbónico ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ), ni del ácido silícico ( $\text{H}_2\text{SiO}_3$ ).

Si consideramos a las resinas de intercambio aniónico como  $\text{R-2OH}$ , compuestas de un radical fijo R y de un ión móvil constituido por el grupo OH, de acuerdo a los aniones presente, tendremos las siguientes reacciones:



**e. Descarbonatador:** debido a que en el intercambiador catiónico débil se produce ácido carbónico ( $\text{CO}_2$  disuelto en agua), para evitar un trabajo excesivo de las resinas aniónicas de bases fuertes, se rebaja al mínimo el contenido de anhídrido carbónico mediante una corriente de aire insuflado por un ventilador, en contracorriente con el agua que ingresa por la parte superior finamente dispersada y repartida uniformemente por un relleno de anillos Rashig, provocándose la evacuación del  $\text{CO}_2$  al exterior, por arrastre con el aire. Una buena operación del descarbonatador dejará un máximo de 10 mg/l de  $\text{CO}_2$ .

#### **a. Resinas catiónicas de ácido fuerte**

- Resinas catiónicas de sodio: eliminan la dureza del agua por intercambio de sodio por el calcio y el magnesio.
- Resinas catiónicas de hidrógeno: pueden eliminar todos los cationes (calcio, magnesio, sodio, potasio, etc) por intercambio con hidrógeno.

**b. Resinas catiónicas de ácidos débiles:** eliminan los cationes que están asociados con bicarbonatos

**c. Resinas aniónicas de bases fuertes:** eliminan todos los aniones. Su uso se ha generalizado para eliminar aniones débiles en bajas concentraciones, tales como: carbonatos y silicatos.

**d. Resinas aniónicas de base débil:** eliminan con gran eficiencia los aniones de los ácidos fuertes, tales como sulfatos, nitratos y cloruros.

#### **4. Regeneración de las resinas de intercambio iónico**

La regeneración de las resinas de intercambio iónico es el proceso inverso del proceso de intercambio iónico y tiene por finalidad devolverle a la resina de intercambio iónico su capacidad inicial de intercambio. Esto se realiza haciendo pasar soluciones que contengan el ión móvil original, el cual se deposita en la resina y desaloja los iones captados durante el agotamiento.

Para la regeneración de las resinas de intercambio iónico se usa:

- Sal común (cloruro de sodio) para regenerar resinas catiónicas de ácidos fuertes.
- Ácido clorhídrico o ácido sulfúrico (depende del costo y de la eficiencia): para regenerar resinas catiónicas de ácidos fuertes y resinas catiónicas de ácidos débiles..
- Hidróxido de sodio o hidróxido de amonio: para regenerar resinas aniónicas de bases fuertes y resinas aniónicas de bases débiles.

Una vez regenerada la resina está lista para un nuevo ciclo de intercambio iónico.

## 5. Vida útil de las resinas de intercambio iónico

Después de una serie de ciclos de intercambio iónico las resinas de intercambio iónico sufren la pérdida de sitios de intercambio activo o sufren la rotura de los enlaces transversales de la resina, disminuyendo su capacidad de intercambio.

Las resinas catiónicas fuertes primero pierden su capacidad de intercambio para captar cationes asociados a los ácidos fuertes y las resinas aniónicas fuertes disminuyen su capacidad de captar aniones débiles a baja concentración, tales como los carbonatos y silicatos.

## 6. Naturaleza iónica de las aguas naturales

Los iones que se encuentran en mayor proporción en las aguas naturales son:

Cationes: Calcio, Magnesio, Sodio y Potasio

Aniones: Sulfatos, Bicarbonatos, Cloruros, Nitratos y Silicatos

También pueden estar presentes otros iones, pero en cantidades no significativas para los procesos de intercambio iónico.

## 7. Selectividad de las resinas de intercambio iónico

Las resinas de intercambio iónico presentan diferentes selectividades hacia los iones. A continuación se detalla el orden de selectividad de las resinas de intercambio iónico, en orden decreciente (de mayor a menor selectividad):

Resinas catiónicas de ácidos fuertes:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{++}$ ,  $\text{Hg}^{++}$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Cu}^{++}$ ,  $\text{Ni}^{++}$ ,  $\text{Cd}^{++}$ ,  $\text{Zn}^{++}$ ,  $\text{Fe}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{H}^+$

Resinas catiónicas de ácidos débiles:  $\text{H}^+$ ,  $\text{Cu}^{++}$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$

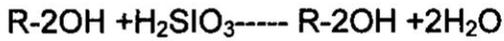
Resinas aniónicas de bases fuertes:  $\text{CO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_3^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{HSO}_4^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{HSO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{F}^-$

Resinas aniónicas de bases débiles:  $\text{SO}_4^-$ ,  $\text{CRO}_4^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{F}^-$

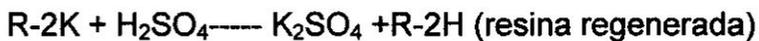
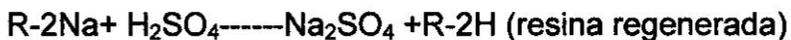
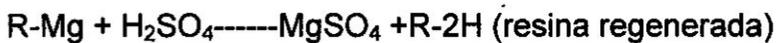
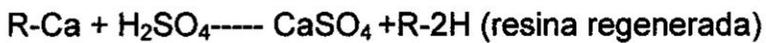
## 8. Operación de una unidad de desmineralizado completa

Se denomina unidad de desmineralizado completa a una unidad constituida de: filtro de carbón activado, intercambiador catiónico de ácidos débiles,

**f. Intercambiador aniónico de bases fuertes:** este intercambiador fija los aniones de los ácidos débiles tales como el ácido carbónico y el ácido silícico. Las reacciones serían:



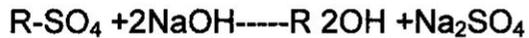
**g. Regeneración de resinas de intercambio catiónico:** cuando cualquiera de las resinas de intercambio catiónico débiles o fuertes ya no tienen iones hidrógeno para intercambiar, a estas resinas se les regenera haciendo pasar una solución de ácido (normalmente ácido sulfúrico), produciéndose las siguientes reacciones:



La regeneración se realiza normalmente en serie y la solución de ácido sulfúrico atraviesa sucesivamente la resina fuertemente ácida y la resina débilmente ácida. El exceso de ácido proveniente de la regeneración de la resina fuertemente ácida es suficiente para regenerar completamente la resina débilmente ácida.

**h. Regeneración de resinas de intercambio aniónico:** una vez que las resinas de intercambio aniónico débilmente y fuertemente básicas no tienen más iones OH<sup>-</sup> que intercambiar con los aniones del agua, estas deben ser regeneradas. Su capacidad de intercambio les es devuelta haciendo pasar una solución de base fuerte (generalmente se emplea hidróxido de sodio), la cual atraviesa primero el intercambiador de las resinas aniónicas de base fuerte y luego el intercambiador de las resinas aniónicas de base débil. El exceso de soda proveniente de la regeneración de las resinas aniónicas de base fuerte es suficiente para regenerar completamente las resinas aniónicas de base débil. Se producirán las siguientes reacciones:





### 9. Guía para la regeneración de resinas de intercambio iónico

- Los retrolavados deben efectuarse por un tiempo mínimo de 15 minutos, pudiendo prolongarse hasta 60 minutos en caso que se quiera eliminar finos que estén ocasionando altas caídas de presión, durante la producción de agua desmineralizada. Se debe tener cuidado de no tener velocidades altas o retrolavados excesivos, que provocan altas pérdidas de resinas. De suceder esto muestrear y determinar que porcentaje de los finos pasa malla 50 USA ó 0.3 mm y la humedad de la resina.

-El regenerante de las resinas aniónicas fuertes debe ser pasado en un tiempo no menor de 30 minutos y el 15 al 30 % regenerante se debe descartar antes de su ingreso al intercambiador de resina aniónica débil, para evitar que en ella se formen depósitos de sílice.

-Los flujos de retrolavados deben ser de 25 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>/hr (25 m/hr).

-El enjuague lento o transferencia debe ser de 1 a 2 m<sup>3</sup> de agua/ m<sup>3</sup> de resina/ hora (el gasto debe ser igual al pase de la solución regenerante).

-El enjuague rápido debe hacerse entre 16 a 40 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> de resina/hora.

-Para la dilución de las soluciones regenerantes debe usarse agua tratada.

-Para el enjuague de las resinas aniónicas debe usarse agua tratada, en cambio para las resinas catiónicas puede usarse agua sin tratar (agua potable).

-Los retrolavados se realizan generalmente con agua sin tratar (agua potable).

-Cuando los retrolavados terminan con conductividad mayor de 9 uS/cm, se debe prolongar esta operación por 10 a 20 minutos.

-El consumo de hidróxido de sodio (soda cáustica) debe estar entre 50-60 Kg de NaOH al 100%, por cada m<sup>3</sup> de resina aniónica fuerte.

-Cuando el calcio es más del 50 % del total de cationes, y cuando se usa ácido sulfúrico en la regeneración de las resinas catiónicas, se forma sulfato de calcio que puede precipitar por estar en exceso al límite de solubilidad. Se evita la precipitación usando una primera etapa más diluida de ácido sulfúrico (menor de 15 gr/l: menor de 1.5 %) y/o una mayor velocidad de la solución regenerante.

-Durante la regeneración de resinas de intercambio iónico se deben realizar los siguientes controles:

- Concentración de la solución de soda cáustica a dosificar a las resinas aniónicas
- Concentración de la solución de ácido, en cada paso de la dosificación a las resinas catiónicas
- Gasto total de ácido
- Gasto total de soda usada para la regeneración
- Control del punto final en las resinas catiónicas y aniónicas.

#### **10. Factores que afectan las operaciones de intercambio iónico**

Hay diversos factores que pueden afectar las operaciones de intercambio iónico, entre las cuales podemos mencionar las siguientes:

-Regenerantes de mala calidad (se debe realizar análisis cuando se realice reposición de stocks de estos regenerantes: en el ácido sulfúrico o ácido clorhídrico analizar fierro, en el caso de la soda cáustica determinar su concentración)

-Variaciones de la calidad del agua a ser tratada.

-Canalizaciones en los lechos de resinas.

-Falta de purgas de aire y gases u operación defectuosa de estos.

-Presencia de agentes oxidantes, tales como oxígeno, cloro, ozono u otros.

-Cambios bruscos de temperatura, que pueden provocar variaciones de las condiciones hidráulicas y en la cinética de las reacciones; si estos se producen, se deben efectuar ajustes de los flujos.

-Regeneraciones inadecuadas: concentraciones y/o gastos inadecuados.

-Distribución defectuosa del flujo, en la producción y/o en la regeneración.

-Características de las resinas.

- Rotura de las resinas
- Despolimerización por oxidantes y consecuente hinchamiento (se vuelve ligera de densidad y se pierde durante los retrolavados.
- Envejecimiento de los grupos funcionales, provocando una adsorción irreversible.
- Envenenamiento por materias orgánicas e inorgánicas.
- Pérdidas de resinas, por ser demasiado pequeñas o por baja densidad

-Selección inadecuada de las resinas de intercambio iónico: se debe tener en cuenta lo siguiente:

- Tipo de material
- Grados de los enlaces cruzados
- Tamaño de las resinas
- Grupo funcional
- Facilidad de regeneración
- Capacidad de intercambio en operación.
- Porosidad (superficie activa total)
- Estabilidad a contaminantes.
- Vida efectiva