

Aprovechamiento de pastas de prensado provenientes de la obtención de aceite de ricino, mediante la extracción de compuestos fenólicos.

Use of pressed pastes from the production of *Ricinus communis* oil: extraction and characterization of bioactive compounds.

José de Jesús Esparza Claudio^{1†}, Flora Itzel Beltrán Ramírez^{1†}, Domancar Orona Tamayo¹, Martha Mariana Esparza Castillo¹, Alejandro Carreón^{1,2}, Jorge Molina Torres³, Ivette Cornejo Corona¹ y Elizabeth Quintana Rodríguez^{1*}

¹Soluciones Tecnológicas, CIATEC. ²Universidad Iberoamericana León, Departamento de ingenierías.

³Departamento de Biotecnología y Bioquímica, CINVESTAV-Unidad Irapuato.

Resumen

Ricinus communis es un cultivo que ha tomado interés por la producción de aceite para diferentes usos industriales y energéticos. Las semillas de higuera además de contener un alto porcentaje de aceite, proveen una fuente importante de antioxidantes que incluyen compuestos polares como los polifenoles los cuales tienen alto valor en la industria farmacéutica y alimentaria. Durante la extracción del aceite por el proceso de prensado se generan residuos, siendo las pastas uno de los más importantes debido a su abundancia. Esta pasta conserva compuestos químicos y productos a los cuales se les puede dar un valor mediante un procesamiento adicional. Asimismo, las podas de este cultivo pueden ser revalorizadas también mediante la elaboración de biocompositos, materiales formados por la combinación de polímeros y fibras naturales. El objetivo de este trabajo fue la caracterización de las pastas, extracción e identificación de los compuestos fenólicos presentes en las pastas de prensado de la semilla de higuera, y la elaboración de compositos mediante la utilización de fibras provenientes de las podas del cultivo. Se realizó una extracción de aceite a la torta residual del proceso de prensado, encontrando mayor abundancia de ácido ricinoleico y en menor porcentaje ácido oleico y palmítico.

Autor Responsable: *equintana@ciatec.mx

[†] Ambos autores contribuyeron de igual manera en este artículo.

Abstract

Ricinus communis is a crop that has taken interest due to the oil production for its different uses in the industrial and energetic field. The castor oil plant's seeds not only have a high oil percentage, but also, they provide an important source of antioxidants that include polar compounds such as polyphenols, which have a high value in the pharmaceutical and food industry. In the pressing process during the oil extraction wastes are generated, among which the paste is one of the most important because of its chemical richness. This paste conserves chemical compounds and products that could have an added-value through an additional process. Likewise, the pruning remains from this crop can be revalued through the biocomposites elaboration, materials made up of the combination of polymers and natural fibers. The object in this work was the characterization of the pastes, the extraction and identification of phenolic compounds contained in the castor oil plant's seed pressing pastes, and the elaboration of composites by using fibers from the pruning remains of the crop. An oil extraction was made to the residual cake from the pressing process, finding greater abundance of ricinoleic acid and, in a lower percentage, oleic and palmitic acid. The paste presented a 5.42% of N. A large amount of phenols was found, among them gallic acid, which has been reported with antimicrobial, anticancer and antiviral activity. The results show that the castor oil plant paste can have a revaluation, since the mineral and nitrogen conformation used as biofertilizer and the phenolic compounds coming from these, are of high value in the food industry; whereas, with the

La pasta presentó un porcentaje de N de 5.42%. Se encontró una gran cantidad de fenoles, entre ellos el ácido gálico, el cual ha sido reportado por su actividad antimicrobiana, anticancerígena y antiviral. Los resultados muestran que la pasta de higuera puede tener una revalorización, ya que por la conformación mineral y de nitrógeno utilizada como biofertilizante y los compuestos fenólicos provenientes de éstas, son de alto valor en la industria alimentaria; mientras que, con las podas se logró generar la formación de biocompositos.

Palabras clave

Biocompositos, polifenoles, pastas de prensado, ácido gálico

Introducción

El ricino (*Ricinus communis*) es un cultivo de importancia comercial resistente a la sequía que pertenece a la familia de las *Euphorbiaceae* (Odunsi *et al.*, 2012). El aceite que es extraído de las semillas del ricino tiene múltiples aplicaciones en la industria que incluyen la producción de recubrimientos, plásticos, cosméticos y energéticos (Suarez *et al.*, 2007). La extracción del aceite genera residuos conocidos como pastas, las cuales aún contienen un alto contenido de compuestos bioactivos entre ellos compuestos fenólicos (Teh y Birch, 2014), los cuales comprenden flavonoides, ácidos fenólicos, y taninos, entre otros. En los últimos años han sido ampliamente estudiados debido a sus propiedades para promover beneficios a la salud humana por sus propiedades antioxidantes, antiinflamatorias, antimutagénicas, antialérgicas y antimicrobianas (Balasundram *et al.*, 2006). Estos compuestos son de un gran valor para la industria farmacéutica, cosmética y alimentaria y su extracción generaría un alto valor a las pastas residuales. Las pastas también son ricas en proteínas y minerales lo cual tiene potencial uso para alimento de animales; sin embargo, la utilidad de las pastas aún se encuentra limitada debido a compuestos tóxicos antinutricionales (Jiménez Ocampo *et al.*, 2013). No obstante, las pastas pueden pasar por procesos de desintoxicación y ser un insumo para la preparación de alimento. Por otro lado, el contenido de N en las pastas residuales tiene

pruning remains wastes, it was possible to generate the formation of biocomposites.

Keywords

Biocomposites, polyphenols, pressing pastes, gallic acid.

Introduction

The castor oil plant (*Ricinus communis*) is a drought-resistant crop of commercial importance that belongs to the family of *Euphorbiaceae* (Odunsi, *et al.*, 2012). The oil that is extracted from castor oil plant has multiple applications in the industry that include the production of coatings, plastics, cosmetics and energetics (Suarez *et al.*, 2007). The extraction of the oil generates residues, known as pastes, which still contain a high content of bioactive compounds including phenolic compounds (Teh and Birch, 2014), which include flavonoids, phenolic acids, and tannins, among others. In recent years they have been widely studied due to their properties to promote benefits to human health due to their antioxidant, anti-inflammatory, antimutagenic, antiallergenic and antimicrobial properties (Balasundram *et al.*, 2006). These compounds are of great value for the pharmaceutical, cosmetic and food industries and their extraction would generate a high value for residual pastes. The pastes are also rich in protein and minerals, which has a potential use for animal feed; however, the use of pasta is still limited due to anti-nutritional toxic compounds (Jiménez Ocampo *et al.*, 2013). The pastes can go through detoxification processes and be an input for the preparation of food. On the other hand, the content of N in the residual pastes has a potential use as biofertilizer, one of the most important characteristics for the use of organic fertilizers (Cavaleri *et al.*, 2004). Pastes mixes and castor seed shells used as fertilizers promoted the growth of plants of this same species; however, doses greater than 4.5% (volume) of the pastes reduced growth (Lima *et al.*, 2011). In addition, the crop also generates waste such as pruning remains, which has high fiber content. This material can be used for the generation of biocomposites (compounds formed with polymers and mixed with fibers), which

un potencial uso como biofertilizante, una de las características más importantes para el uso de fertilizantes orgánicos (Cavaleri *et al.*, 2004). Mezclas de pastas y cáscaras de ricino usadas como fertilizantes promovieron el crecimiento de plantas de esta misma especie; sin embargo, dosis mayores a 4.5 % (volumen) de las pastas redujeron el crecimiento (Lima *et al.*, 2011). Además, el cultivo también genera residuos como lo son las podas los cuales tienen un alto contenido de fibras. Este material puede usarse para la generación de biocompositos (compuestos formados con polímeros y mezclados con fibras) los cuales tienen un alto potencial de aplicaciones y un mercado creciente (Ramamoorthy *et al.*, 2015). El propósito de este estudio fue dar un valor agregado a los residuos generados en la obtención de aceite de ricino en el cultivo de higuierilla, mediante la extracción de compuestos fenólicos.

Materiales y metodos

Las semillas provenientes para la extracción de aceites y podas de cultivos con tres años de edad fueron proporcionadas por el Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias (INIFAP) campo experimental Bajío Celaya, Guanajuato.

El método de prueba estándar para determinar cuantitativamente nitrógeno, carbono, hidrógeno y azufre es por espectrometría de emisión atómica de plasma de acoplamiento inductivo. Esta prueba se llevó a cabo bajo la normatividad ASTM D4951 en las pastas provenientes de la extracción de aceite.

Para la extracción de aceites, el proceso se basó en la norma mexicana NMX-F-089-S-1978. Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para la determinación de ácidos grasos (extracto etéreo) por el método Soxhlet (Sánchez *et al.*, 2005). Como solvente se utilizó éter etílico anhidro. La extracción del aceite residual se llevó a cabo en los laboratorios de Química ambiental de CIATEC. Las muestras de aceite fueron llevadas para su análisis en un cromatógrafo de gases acoplado a masas para determinar la composición de ácidos grasos en el laboratorio de Fitobioquímica de CINVESTAV unidad Irapuato. Las muestras fueron analizadas en un cromatógrafo de gases (Agilent Technologies 7890A) equipado con una columna HP5 (30 metros de longitud, 0,25 mm diámetro interno, 0.24 ml

have a high application potential, and a growing market (Ramamoorthy *et al.*, 2015). The purpose of this study was to give an added value to the residues generated in the obtaining of castor oil in the cultivation of Higuierilla, by means of the extraction of phenolic compounds.

Materials and methods

Seeds from the oil extraction and pruning of *R. communis* crops with three years of age were provided by the National Institute of Forestry, Agriculture and Livestock Research (INIFAP), Bajío, Celaya experimental field, Guanajuato.

The standard test method to quantitatively determine nitrogen, carbon, hydrogen and sulfur is an atomic emission spectrometry of inductively coupled plasma. This test was carried out under the ASTM D4951 standard in the pastes coming from the oil extraction.

For the oils extracting, the process was based on the Mexican standard NMX-F-089-S-1978. This Mexican standard establishes the procedure for the determination of fatty acids (etheral extract) by the Soxhlet method (Sánchez *et al.*, 2005). As solvent, anhydrous ethyl ether was used. The extraction of the residual oil was carried out in the CIATEC environmental chemistry laboratories. The oil samples were analyzed in a gas chromatograph coupled to masses to determine the composition of fatty acids in the laboratory of Phytobiochemistry of CINVESTAV (Irapuato unit). The samples were analyzed in a gas chromatograph (Agilent Technologies 7890A) equipped with an HP5 column (30 meters in length, 0.25 mm internal diameter, 0.24 ml thickness) coupled to a selective mass detector (Agilent 5973). The temperature program used was a temperature ramp from 50 °C to 250 °C with a speed of 4 °C/min, the injector temperature was 280 °C.

For the polyphenols extraction, from 200 mg of *R. communis* paste, 400 µL of 70% methanol were added, the samples were shaken at room temperature in the dark for 24 h, subsequently, the samples were centrifuged at 12,000 rpm for 5 min and the polyphenols were quantified in a microplate format by the Follin-Ciocalteu method at 760 nm. The identification of polyphenols was carried out in a UHPLC equipment following the standard conditions (Martínez *et al.*, 2014).

Castor plant fibers from the pruning waste received

espesor) acoplado a un detector de masas selectivo (Agilent 5973) (Agilent Technologies, Santa Clara, CA). El programa de temperatura usado fue una rampa de temperaturas de 50 °C a 250 °C con una velocidad de 4 °C/min, la temperatura del inyector fue de 280 °C.

Para la cuantificación de fenoles, a 200 mg de pasta de *R. communis* se adicionaron 400 µL de metanol al 70%, las muestras fueron agitadas a temperatura ambiente en oscuridad por 24 h, posteriormente fueron centrifugadas a 12,000 rpm por 5 min y los polifenoles fueron cuantificados en un formato de microplaca por el método de Follin-Ciocalteu a 760 nm. La identificación de polifenoles fue realizada en un equipo de UHPLC marca Agilent 1290 infinity (Agilent Technologies, Santa Clara, CA) equipado con una bomba binaria, un desgasificador y una válvula automática de purga, en el laboratorio de cromatografía de CINVESTAV unidad Irapuato (Martínez Cruz y Paredes López, 2014). Los compuestos fenólicos y las isoflavonas fueron separadas usando una columna C18 ZORBAX RRHD Eclipse plus de 1.8 m, 50 mm x 2.1 mm de diámetro interno (Agilent Technologies, Santa Clara, CA).

En la preparación de compositos, a las fibras de higuierillas provenientes de las podas, se les dio un tratamiento alcalino, para aumentar la compatibilidad entre las fibras de higuierilla y la matriz polimérica. El tratamiento alcalino consiste en sumergir las fibras en una solución de NaOH 1% (1:15 peso/vol) con agitación constante a 90°C durante 30 minutos y posteriormente se dejó reposar por 12 horas. Después la mezcla se neutralizó con ácido acético al 10% y las muestras fueron lavadas 5 veces con agua (Vinayaka *et al.*, 2017). Las muestras fueron colocadas en una estufa a 80°C por 12 horas y finalmente pulverizadas. Las fibras fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM): se evaluó la morfología de las fibras en un microscopio electrónico de barrido JEOL-600 a un voltaje de 15 kV, las muestras fueron recubiertas con Au/Pd. Se determinó la estabilidad térmica de las fibras de higuierilla mediante un análisis termogravimétrico (TGA), el cual se llevó a cabo bajo una atmósfera de nitrógeno en un intervalo de temperatura de 30 a 800°C en un TGA de TA Instruments modelo Q500. El grado de cristalinidad se realizó en un difractómetro Siemens modelo D5000.

an alkaline treatment to increase the compatibility between the castor plant fibers and the polymeric matrix. The alkaline treatment consists of immersing the fibers in a 1% NaOH solution (1:15 weight/volume) with constant agitation at 90°C for 30 minutes and then let stand for another 12 hours. The mixture was then neutralized with 10% acetic acid and the samples were washed 5 times with water (D.L.Vinayaka *et al.*, 2017). The samples were placed in a stove at 80°C for 12 hours and finally pulverized. The fibers were characterized by scanning electron microscopy (SEM): the morphology of the fibers was evaluated in a scanning electron microscope JEOL-600 at a voltage of 15 kV, the samples were coated with Au/Pd. The thermal stability of the castor plant fibers was determined by a thermogravimetric analysis (TGA), which was carried out under a nitrogen atmosphere in a temperature range of 30 to 800 °C in a TGA of TA Instruments model Q500. Crystallinity degree was carried out in a Siemens D5000 diffractometer.

The biocomposites compositions are described in table 1. The mixture of polymers and fibers were feed into a Lestriz Micro 27 GL co-rotating twin-screw extruder with a ratio length:diameter of 31:1 and D of 27 mm, at 80°C and 100 rpm. The material obtained was dried at 80°C for 12 hours. After, the formulations were fed into a MILACRON injection machine at 180°C to obtain the specimens to evaluate the mechanical properties. The samples were tested using a universal testing machine (Instron) with a crosshead speed of 5 mm/min according to the ASTM D 638-10 standard.

Significant differences among the different treatments (tensile strenght and elongation) were tested using an ANOVA and post hoc comparison with Tukey using SPSS Statistics 17.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA). Significance was determined by the magnitude of the F-value at P = 0.05.

Results and discussion

It was found that the pastes contained 5.42% of N (Table 2) while other studies report 7.45% nitrogen contents; these differences are due to the genotypes used (lima *et al.*, 2011). This N content is higher than traditional products used as fertilizer (0.77%) (Severino *et al.*, 2006). An oil content of 4.75% (w/w) was found in the analysis of the castor oil plant pastes (seed cake). Ricinoleic acid was the

Las composiciones de los biocompuestos están descritas en el Cuadro 1. La mezcla de polímeros y fibras se alimentaron en un extrusor doble husillo co-rotatorio Leistritz Micro 27 GL (Leistritz, Núremberg, Alemania), con una relación longitud:diámetro de 31:1 y un diámetro de 27 mm, a una temperatura de 180°C y 100 rpm. La formulación obtenida se secó en una estufa a 80°C durante 12 horas. Posteriormente, las formulaciones fueron alimentadas a una máquina de inyección MILACRON a una temperatura de 180°C para obtener las probetas necesarias para evaluar sus propiedades mecánicas. Las muestras fueron analizadas en una máquina universal INSTRON a una velocidad de 5mm/min de acuerdo a la norma ASTM D638-10.

most abundant (Table 3), furthermore it was found the presence of oleic, palmitic and stearic acid as it is reported in the literature (Salimon *et al.*, 2010).

In the polyphenols identification, it was detected three phenolic acids and two isoflavones in the seed cake of *R. communis*. Gallic acid was detected in a high proportion (35%) followed by chlorogenic acid (3.4%) and rosmarinic acid (1.6%). Isoflavones such as genistein (54%) was presented in a highest concentration followed by daidzin (5.3%). This type of phenolic compounds and isoflavones have not been detected in *R. communis* seed cakes, however, other types of phenolic compounds were detected such as coumaric, ferulic, syringic and cinnamic acids (Chakravartula and Guttarla 2007) and the

Cuadro 1. Formulaciones para la elaboración de biocomposites de higuera.

Table 1. Formulations and preparation of castor bean biocomposites.

Formulación*	% en peso			
	PP ^a	MAH ^b	Antioxidante	Fibra
FST-70	65	5	0.1	30
FST-80	75	5	0.1	20
FCT-70	65	5	0.1	30
FCT-80	75	5	0.1	20

*FST = fibras sin tratamiento, FCT = fibras con tratamiento; PP^a = polipropileno homopolímero, ^bMAH = polímero funcionalizado con anhídrido maleico.

*FST: untreated fibers, FCT: treatment fibers; ^aPP = homopolymer polypropylene, ^bMAH = polymer functionalized with maleic anhydride.

Las diferencias significativas entre los diferentes tratamientos (resistencia a la tensión y elongación) fueron probados usando un análisis de ANOVA y una comparación Post Hoc mediante la prueba de Tukey usando el paquete estadístico SPSS 17.0 (SPSS Inc. Chigaco, IL, EU). La significancia fue determinada por la magnitud de ale valor F con una P=0.05.

Resultados y discusión

Encontramos que las pastas contenían 5.42 % de N (Cuadro 2) mientras que otros estudios reportan contenidos de 7.45 % de nitrógeno, estas diferencias son debidas a la variación que existe entre los genotipos usados (lima *et al.*, 2011). Este contenido

results shown here could complement the metabolomic menu of residual pastes from oil extraction.

In the biocomposites analysis, Figure 1 shows that the first biomass weight loss corresponds to the cellulose and hemicellulose thermal degradation, which occurs between 315-350°C and the second biomass weight loss corresponds to the lignin thermal degradation, at approximately 600°C (Monteiro *et al.*, 2012). However, it is possible to appreciate that the lignin content is lower in the treated fibers (~17% by weight) compared to the untreated fibers (~24% by weight). Due to the above, it is inferred that the alkaline treatment managed to reduce the concentration of lignin contained in castor oil plant fibers. The degrees of

de N es mayor que los productos tradicionales usados como fertilizante como lo son el bagazo de caña de azúcar (0.24 %) y estiércol de vaca (0.77%). (Severino *et al.*, 2006).

En cuanto al análisis de aceites de pastas de higuierilla se encontró un contenido de 4.75 % (p/p) de aceite con respecto al peso total. El ácido ricino-

crystallinity of the fibers are around 50%, therefore, the crystallinity of the fibers was not affected by the treatment, to which they were subjected.

Figure 2 shows the micrographs obtained by SEM corresponding to castor plant fibers with and without treatment. In figure 2(a) it can be observed that the fiber with treatment has a

Cuadro 2. Composición elemental en pastas de higuierilla.

Table 2. Formulations and preparation of castor bean biocomposites.

Tipo de muestra	Composición elemental (%) (n=3)			
	Nitrógeno	Carbono	Hidrógeno	Azufre
Pasta de <i>R. Communis L.</i>	5.4 ± 1.7	50.7 ± 2.0	7.5 ± 0.1	11.1 ± 0.1

leico fue el más abundante (Cuadro 3) encontrándose también oleico, palmítico, esteárico tal como se reporta en la literatura (Salimon *et al.*, 2010). En la pasta de higuierilla (*R. communis*) fue posible detectar tres ácidos fenólicos y dos isoflavonas (Cuadro 4). El ácido gálico fue detectado en alta proporción (35%) seguido por el

smoother surface compared with the control 2(b), which indicates that the lignin removal treatment was effective. Table 5 shows the results of the mechanical properties of the biocomposites. In addition, it can be observed that the biocomposites exhibit lower values in the mechanical properties compared to the virgin material, indicating a poor

Cuadro 3. Porcentaje de ácidos grasos presentes en el aceite residual de pastas.

Table 3. Percentage of fatty acids present in the residual oil seed cake.

Ácido graso	Porcentaje (%) (n=3)
Ácido decanoico	4.3 ± 3.42
Ácido palmítico	9.3 ± 6.6
Ácido margárico	8.43 ± 8.1
Ácido oleico	11.8 ± 5.5
Ácido esteárico	5.9 ± 3.9
Ácido ricinoleico	60.2 ± 27.5

ácido clorogénico (3.4%) y por el ácido rosmarínico (1.6%). Isoflavonas como genisteina (54%) fue la que mayor concentración presentó en la pasta seguida por daidzina (5.3%). Este tipo de compuestos fenólicos e isoflavonas no han sido reportados en pastas de *R. communis*. Sin embargo,

interfacial adhesion between the fibers and the polymer matrix (Pracella *et al.*, 2006).

The nitrogen content in the pastes, positions them as biofertilizers due to their potential use. Lima and coworkers reported that a content of approximately 4% promoted growth for *R. communis*, which is a

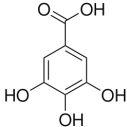
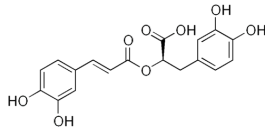
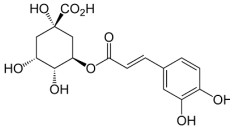
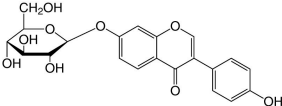
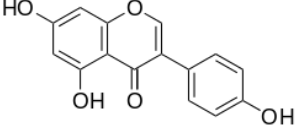
otros tipos de compuestos fenólicos fueron detectados en pastas de higuera como son ácidos coumárico, ferúlico, siríngico y cinámicos (Chakravartula y Guttarla, 2007) y los resultados mostrados aquí podrían complementar el menú metabólico de las pastas residuales provenientes de la extracción de aceite. En la figura 1, se puede observar que la primera caída corresponde a la degradación térmica de la celulosa y hemicelulosa, la cual ocurre entre los 315 a 350°C y la segunda

similar value for our results (Lima *et al.*, 2011). On the other side, the relation C/N is other important factor that affects the decomposition rate of organic material. In this work, it was found a relation between C/N around 10, which indicates a high decomposition probability of organic material.

These compounds derived from the pastes of castor oil plant residues contain high concentration of nitrogen and carbon, which is an important

Cuadro 4. Porcentaje de polifenoles encontrados en pasta de higuera.

Table 4. Percentage of polyphenols found in casgor oil seed cake.

Polifenol	Nombre	Abundancia (%) (n=3)	Estructura
Fenol	Ácido Gálico	36.5 ± 4.8	
	Ácido Rosmarínico	0.4 ± 0.2	
	Ácido Clorogénico	2.4 ± 0.2	
Isoflavonas	Daidzina	4.1 ± 1.6	
	Genisteína	54.2 ± 47.8	

caída corresponde a la degradación térmica de la lignina, a los 600°C aproximadamente (Monteiro *et al.*, 2012). Sin embargo, se puede apreciar que el contenido de lignina es menor en las fibras con

source of essential elements for the plant development, it was found a relation between C/N around 10, which indicates a high decomposition probability of organic material.

tratamiento (~17 % en peso) respecto a las no tratadas (~24 % en peso). Debido a lo anterior, se infiere que el tratamiento alcalino logró disminuir la concentración de lignina que contienen las fibras de higuera. Los grados de cristalinidad de las fibras se encuentran alrededor de un 50%, por lo que, la cristalinidad de las fibras no se vio afectada por el tratamiento al cual fueron sometidas.

These compounds derived from the pastes of castor oil plant residues contain a high concentration of nitrogen and carbon, which is an important source of essential elements for the plant development, that facilitates their assimilation in different tissues thanks to the fact that they are available as organic nitrogen, as well as an

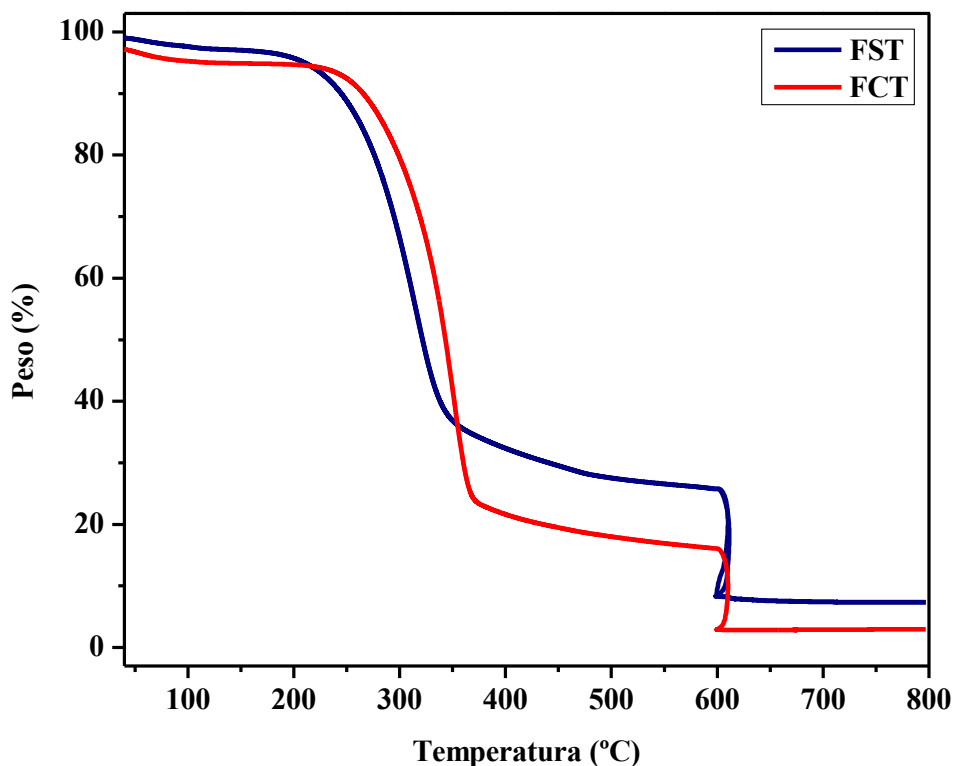


Figura 1. Termograma correspondiente a fibras de higuera con y sin tratamiento alcalino.

Figure 1. Thermogram corresponding to castor fiber with and without alkaline treatment.

En la figura 2, se muestran las micrografías obtenidas mediante SEM. En la figura 2(a) se puede observar que la fibra con tratamiento alcalino presenta una superficie más lisa comparada con la que no fue sometida a ningún tratamiento, ver figura 2(b), lo que nos indica que el tratamiento alcalino logró remover la lignina presente en las fibras de higuera. En el cuadro 5, se presentan los resultados de las propiedades mecánicas de los biocompuestos elaborados. Y se puede observar que los biocompuestos exhiben valores más bajos en las propiedades mecánicas respecto al material

interaction with microorganisms that can help in the biological fixation of nitrogen. Therefore, the remains of pasta from seeds of plants of energetic interest are a new natural and ecological alternative as biostimulants in the growth of plants, as well as they influence in the availability of nutrients that include the stimulation of the nutrients biogeochemical cycles, improvements in the health of the plant and in the structural quality of the soil, which are key factors in fertility (Selanon *et al.*, 2014).

Results in this work demonstrate that phenolic

virgen, indicando una pobre adhesión interfacial entre las fibras y la matriz polimérica (Pracella *et al.*, 2006). Respecto a la elongación del material, no se encontraron diferencias significativas entre los tratamientos mostrando un comportamiento similar al material virgen (cuadro 5).

El contenido de nitrógeno presente en las pastas los posiciona para su uso como biofertilizantes. Lima y colaboradores reportaron que un contenido aproximado de 4% de nitrógeno promovieron

compounds complement the metabolomic menu of the residual seed cakes that come from the oil extraction.

This type of phenolic compounds and isoflavones has not been reported in *R. communis* pastes. For example, other types of phenolic compounds were detected in castor plant pastes such as coumaric, ferulic, syringic and cinnamic acids (Chakravartula and Guttarla, 2007).

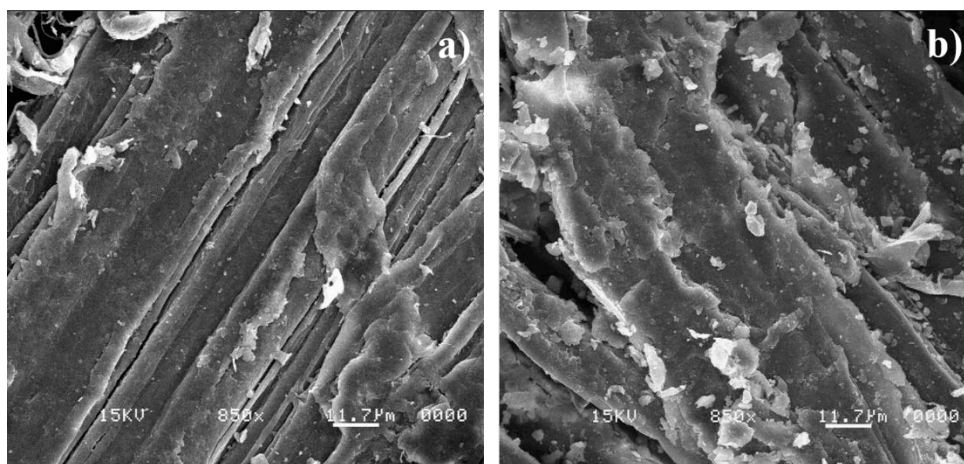


Figura 2. Micrografías correspondientes a la fibra de higuera, (a) con tratamiento y b) sin tratamiento alcalino a 850X.

Figure 2. Micrographs corresponding to castor fiber, (a) with or b) without alkaline treatment at 850X.

Cuadro 5. Propiedades mecánicas del PP virgen y los biocompuestos elaborados con y sin tratamiento alcalino. Letras diferentes significan diferencias significativas, n=5 P<.05 post hoc Tukey.

Table 5. Mechanical properties of virgin PP and biocomposites made with and without alkaline treatment. Different letters indicate significant differences among treatments (P < 0.05, Tukey post hoc test).

Muestra (n=5)	Resistencia a la tensión (MPa)	Elongación (%)
PP	32.5 + 0.1 ^a	15.8 + 0.2
FST-80	25.3 + 0.1 ^c	13.6 + 1.1
FST-70	24.2 + 0.1 ^d	10.7 + 0.2
FCT-80	24.7 + 0.3 ^{cd}	18.1 + 3.0
FCT-70	27.3 + 0.2 ^b	12.5 + 0.6

crecimiento en *R. communis*, un valor muy similar a lo que se encontró en el presente trabajo (Lima *et*

Similarly, total polyphenols and flavonoids with high antioxidant activities were detected in hemp,

al., 2011). Similarmente, pastas hidrolizadas de semillas de *Jatropha* y con alto contenido de nitrógeno y carbono estimularon el crecimiento de plantas de chile con respecto a tratamientos comunes como urea y otros fertilizantes (Selanon *et al.*, 2014).

Por otro lado, la relación de C/N es otro factor que afecta la velocidad de descomposición de la materia orgánica. La relación que encontramos de C/N es aproximadamente de 10 lo cual indica una alta probabilidad de descomposición de la materia orgánica. Estos compuestos derivados de la pasta de residuos de higuera contiene alta concentración de nitrógeno y carbono que constituyen una importante fuente de elementos indispensables para el desarrollo de las plantas que facilitan su asimilación en los diferentes tejidos gracias a que están disponible como nitrógeno orgánico, así como una interacción con microorganismos que pueden ayudar en la fijación biológica de nitrógeno. Por lo tanto, los restos de pastas provenientes de semillas de plantas de interés energético son una nueva alternativa natural y ecológica como bioestimulantes en el crecimiento de plantas, así como también influyen en las disponibilidades de nutrientes que incluyen la estimulación de los ciclos biogeoquímicos de los nutrientes, mejoras en la salud de la planta y en la calidad estructural del suelo, que son factores claves en la fertilidad (Selanon *et al.*, 2014).

Los resultados muestran que los fenólicos encontrados complementan el menú metabólico de las pastas residuales provenientes de la extracción de aceites. Este tipo de compuestos fenólicos e isoflavonas no han sido reportados en pastas de *R. communis*. Por ejemplo, en otros tipos de compuestos fenólicos fueron detectados en pastas de higuera como son ácidos coumáricos, ferúlico, siríngico y cinámicos (Chakravartula y Guttarla, 2007). Similarmente, en pastas de semillas de cáñamo, linaza y canola fueron detectados polifenoles y flavonoides totales con altas actividades antioxidantes (Teh y Birch, 2014). Otras pastas residuales como las de zarzamora (Kosmala *et al.*, 2017) y de girasol (Moyo *et al.*, 2012) han detectado diversos polifenoles con alta capacidad antioxidante y beneficios activos *in vivo* en ratas. Nuestros hallazgos encontrados en la pasta de higuera muestran la presencia de compuestos bioactivos y con un alto valor agregado ya que

flax seed and canola seed pastes. (Teh and Birch 2014). In other residual pastes such as those of blackberry (Kosmala *et al.*, 2017) and sunflower (Moyo *et al.*, 2012) have been detected various polyphenols with high antioxidant capacity and active benefits *in vivo* in rats. In addition, our findings related to castor bean paste show the presence of bioactive compounds with a high added value since they have multidirectional and beneficial actions in health; for example, the isoflavone genistein has attracted considerable interest because its possible benefits in the prevention of cancer, diabetes, osteoporosis and heart diseases (Gilbert and Liu, 2013; Ming, *et al.*, 2013; Hafidh, 2017), and the fact of being similar to estrogen can reduce the discomforts of menopause (Malla and Ramalingam 2018). In relation to the gallic acid, this is a phenolic compound very common in plants, which has been shown to have excellent health benefits such as antihypertensive effects (Francisca *et al.*, 2017), antioxidants (Yilmaz and Toledo 2004) and anticancer agents (Fiuza *et al.*, 2004).

These phenolic compounds could be used to produce a variety of products with nutraceutical, nutritional and pharmaceutical interest. Despite the formation of the biocomposites was achieved; the mechanical properties could not be increased. Although several factors affect the mechanical properties, among them the chemical composition, these mechanical properties were affected mainly by the poor adhesion between the fibers and the polymer matrix.

Conclusions

This study shows that oil crop residues, from *Ricinus communis* in this case, can be revalued through their potential use as biofertilizers, the extraction of polyphenols and the generation of biocomposites. Regarding to polyphenols, they can be extracted in an accessible way and it positions them as a source of compounds with antioxidant activity, attractive for its use in the pharmaceutical and food industry. According to the above, we concluded that the alkaline treatment did not affect either the thermal stability or the crystallinity of the castor plant fibers. However, the increase in mechanical properties was not achieved possibly by poor interfacial adhesion between the fibers and the polymer matrix.

tienen acciones multidireccionales y benéficas en la salud. Por ejemplo, la isoflavona genisteína ha atraído considerable interés por sus posibles beneficios en la prevención del cáncer, diabetes, osteoporosis y enfermedades cardíacas (Gilbert y Liu, 2013; Ming, *et al.*, 2013; Hafidh, 2017), al ser similar al estrógeno puede reducir las incomodidades de la menopausia (Malla y Ramalingam, 2018). Con respecto al ácido gálico este es un compuesto fenólico muy común en plantas, el cual se ha demostrado que tiene excelentes beneficios a la salud que incluyen efectos antihipertensivos (Francisca *et al.*, 2017), antioxidantes (Yilmaz y Toledo, 2004) y anticancerígenas (Fiuza *et al.*, 2004). Estos compuestos fenólicos podrían ser utilizados para producir diversos productos con interés nutracéutico y con interés alimenticio y farmacéutico. A pesar de que se logró la formación de los biocomposites las propiedades mecánicas no pudieron ser incrementadas. Aunque varios factores afectan las propiedades mecánicas entre ellas la composición química, estas fueron afectadas principalmente por la pobre adhesión entre las fibras y la matriz polimérica.

Conclusiones

Este estudio muestra que los residuos de cultivos oleaginosos, en este caso de *Ricinus communis*, pueden ser revalorizados mediante su uso potencial como biofertilizantes, la extracción de polifenoles y la generación de biocomposites. Los polifenoles pueden ser extraídos de una manera accesible y los posiciona como una fuente de compuestos con actividad antioxidante atractivos para su uso en la industria farmacéutica y alimentaria. También, se concluye que el tratamiento alcalino no afectó ni la estabilidad térmica ni la cristalinidad de las fibras de higuierilla. Sin embargo, no se logró el incremento en las propiedades mecánicas posiblemente por la pobre adhesión interfacial entre las fibras y la matriz polimérica.

Agradecimientos

Agradecemos por su valiosa colaboración y sugerencias a la Q. Yolanda Rodríguez Aza en el laboratorio de Cromatografía de CINVESTAV-Irapuato. Al M.C. Enrique Ramírez Chávez por sus

Acknowledgements

We thank Q. Yolanda García Aza and M. Sci. Enrique Ramirez Chavez for their kind contribution and technical support. This research was supported by the project Bioturbosin Cluster (208090) of Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) and Secretaria de Energia (SENER) from Mexico.

Kosmala, M., Jurgonski, A., Juskiwicz, J., Karlinska, E., Macierzynski, J., Roj, E. 2017. Chemical composition of blackberry press cake, polyphenolic extract, and defatted seeds, and their effects on cecal fermentation, bacterial metabolites, and blood lipid profile in rats. *Journal of agricultural and food chemistry* 65: 5470–5479.

Lima, R., Severino, L.S., Sampaio, L.R., Sofiatti, V., Gomes, J.A., Beltrão, N.E. 2011. Blends of castor meal and castor husks for optimized use as organic fertilizer. *Ind. Crops Prod.* 33(2): 364–368.

Malla, A., Ramalingam, S. 2018. Health Perspectives of an Isoflavonoid Genistein and its Quantification in Economically Important Plants. *Role of Materials Science in Food Bioengineering. Handbook of Food Bioengineering*: 353–379.

Martínez-Cruz, O., Paredes-López, O. 2014. Phytochemical profile and nutraceutical potential of chia seeds (*Salvia hispanica* L.) by ultra high performance liquid chromatography. *Journal of Chromatography A* 1346: 43–48.

Ming, L., Chen, K., Xian, C. J. 2013. Functions and action mechanisms of flavonoids genistein and icariin in regulating bone remodeling. *J. Cell. Physiol.* 228(3): 513–521.

Monteiro, S.N., Calado, V., Rodríguez, R.J., Margem, F. M. 2012. Thermogravimetric behavior of natural fibers reinforced polymer composites-An overview. *Mat. Scie. Eng.* 557: 17–28.

sugerencias en cromatografía de gases. Esta investigación fue apoyada por el proyecto del Clúster de Bioturbosina (208090) CONACYT y a la Secretaría de Energía.

Referencias

- Balasundra, M. N., Sundram, Samman, S. 2006. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food Chemistry*, 99(1): 191–203.
- Cavaleri, M. A., Gilmore, D.W., Mozaffari, m., Rosen, C.J., Halbach, T.R. 2004. Hybrid poplar and forest soil response to municipal and industrial by-products. *J. Environ. Qual.* 33(3): 1055–1061.
- Chakravartula, S. V. S., Guttarla, N. 2007. Identification and characterization of phenolic compounds in castor seed. *Natural product research*. Taylor & Francis, 21(12): 1073–1077.
- Fiuza, S.M., Gomes, C., Teixeira, L.J., Girao Da Cruz, M.T., Cordeiro, M.N., Milhazes, N., Borges, F., Margues, M.P. 2004. Phenolic acid derivatives with potential anticancer properties—a structure–activity relationship study. Part 1: Methyl, propyl and octyl esters of caffeic and gallic acids. *Bioorg. Med. Chem.* 12(13): 3581–3589.
- Francisca, I., Mas-Capdevila, A., Laza, R., Muguerra, B. 2017. Long-term administration of gallic acid decreases blood pressure in metabolic syndrome animal model via an improvement of endothelial function. *Scr. Sci. Pharm.* 4(1).
- Gilbert, E. R., Liu, D. 2013. Anti-diabetic functions of soy isoflavone genistein: mechanisms underlying its effects on pancreatic β -cell function. *Food Funct.* 4(2): 200–212.
- Hafidh, R. R. 2017. A comprehensive anticancer molecular study for genistein the promising anticancer drug. *J. Contemp. Med. Sci.*, 3(11): 264–269.
- Jiménez-Ocampo, R. Rodríguez, J. A., Ruiz, L. A., Mateos, J. C., Serna, R. 2013. Detoxificación de pastas de higuera y jatropa. INIFAP.
- Moyo, B., Oyedemi, S., Masika, P. J., Muchenje, V. 2012. Polyphenolic content and antioxidant properties of Moringa oleifera leaf extracts and enzymatic activity of liver from goats supplemented with Moringa oleifera leaves/sunflower seed cake. *Meat science* 91: 441–447.
- Odunsi, T. O. A. A., Olabode, O. S., Ojediran, T. K. 2012. Physical and nutrient characterisation of raw and processed castor (*Ricinus communis* L.) seeds in Nigeria. *World Journal of Agricultural Sciences*. 8(1): 89–95.
- Pracella, M., Chionna, D., Anguillesi, I., Kulinski, Z., Piorkowska, E. 2006. Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with Hemp fibres. *Compos. Sci. Technol.* 66(13):2218–2230.
- Ramamoorthy, S. K., Skrifvars, M., Persson, A. 2015. A review of natural fibers used in biocomposites: plant, animal and regenerated cellulose fibers. *Polym. Rev.* 55(1): 107–162.
- Salimon, J., Noor, D.A., Nazrizawati, A. T., Firdaus, M.Y., Noraishah, A. 2010. Fatty acid composition and physicochemical properties of Malaysian castor bean *Ricinus communis* L. seed oil. *Sains Malaysiana*. 39(5): 761–764.
- Sánchez, A. G., Martos, N. R., Ballesteros, E. 2005. Estudio comparativo de distintas técnicas analíticas (espectroscopía de NIR y RMN y extracción mediante Soxhlet) para la determinación del contenido graso y de humedad en aceitunas y orujo de Jaén. *Grasas y Aceites*, 56: 220–227.
- Selanon, O., Saetae, D., Suntornsuk, W. 2014. Utilization of *Jatropha curcas* seed cake as a plant growth stimulant. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology* 3: 114–120.
- Severino, L. S., Lima, R. L. S., Beltrão, N. D. M. 2006. Composição química de onze materiais orgânicos utilizados em substratos para produção de mudas. *Campina Grande: Embrapa Algodão*: 5.
- Suarez, P.A., Meneghetti, S.M., Meneghetti, M.R., Wolf, C.R. (2007). Transformation of triglycerides into fuels, polymers and chemicals:

some applications of catalysis in oleochemistry. *Quím. Nova.* 30(3), pp. 667–676.

Teh, S. S., Birch, E. J. 2014. Effect of ultrasonic treatment on the polyphenol content and antioxidant capacity of extract from defatted hemp, flax and canola seed cakes. *Ultrasonics sonochem.* 21(1): 346–353.

Vinayaka, D.L., Guna, V., D, M., M,A., Reddy, N. 2017. Ricinus communis plant residues as a source for natural cellulose fibers potentially exploitable in polymer composites. *Ind. Crops. Prod.* 100

Yilmaz, Y. Toledo, R. T. 2004. Major flavonoids in grape seeds and skins: antioxidant capacity of catechin, epicatechin, and gallic acid. *J. Agric. Food Chem.* 52(2): 255–260.