

CAPÍTULO I
INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES

La pectina fue descubierta en 1790 por Louis Vauquelin, un naturalista, farmacéutico y químico francés, quien encontró una sustancia soluble en los zumos de frutas. (Pagan i Gilabert, J., 1996).

En 1825, el químico francés Henri Braconnot aisló la pectina por primera vez, describió la sustancia encontrada como “una sustancia ampliamente disponible en plantas vivas y ya observada en el pasado, con propiedades gelificantes cuando se le añadía ácido a su solución”. La llamó “pectina ácida”, palabra que deriva del griego “*pektos*”, que significa sólido, coagulado; reflejando la capacidad de las pectinas para formar geles. (Camacho, M. et al., 2002).

En 1848, se conocen las diferentes sustancias pécticas, las cuales varían en solubilidad y extracción, siendo Fremy quien sugirió por primera vez la existencia de un precursor péctico insoluble en agua, denominado posteriormente “protopectina” por Tschirch. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

A lo largo del siglo XIX, después de la caracterización inicial de la pectina, fue realizada una considerable investigación científica, con relación a su estructura molecular y sus propiedades biológicas y reológicas. (Camacho, M. et al., 2002).

En 1916, Ehlich y Suárez dieron a conocer el aislamiento del ácido D-galacturónico, un polisacárido, que, en forma de polímero, es el integrante principal de todas las pectinas. (Camacho, M. et al., 2002).

Smoleski, en 1924, fue el primero en sugerir que la pectina era un polímero complejo, en estructura comparable con el almidón, basándose en el análisis de rayos X para confirmar esta hipótesis, la cual le permitió identificar el componente principal de las pectinas, el ácido galacturónico. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

El Comité para la Revisión de la Nomenclatura de Sustancias Pécnicas, las definió como: “sustancias coloidales que se encuentran en las plantas y contienen una gran proporción de ácido galacturónico; los grupos carboxilo de estos ácidos pueden estar esterificados con metanol en una proporción variable, y parcial o completamente neutralizados por uno o varios cationes metálicos. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

La pectina fue definida por Kertesz (1951) como los ácidos pectínicos solubles en agua, de grado de metilación variado, que son capaces de formar geles con azúcar y ácido bajo condiciones determinadas. Esta definición abarca también la gelificación con calcio de los ácidos pectínicos, definidos por Kertesz o como los ácidos galacturónicos coloidales aislados de plantas conteniendo una cierta proporción de grupos metoxilo. De ahí que el término pectina se usa colectivamente para incluir al ácido péctico, la forma de pectina completamente desesterificada. (Pagan i Gilabert, 1996).

La producción comercial de pectinas comienza en 1908 en Alemania, durante las primeras fases de la industrialización, los productores de frutas compraban como materia prima para extraer pectina de los residuos secos de la elaboración de jugos de manzana. Luego, entre 1920 y 1930, los principales productores europeos pusieron a punto un nuevo proceso para la extracción de pectina de la cáscara de cítricos, previo secado. (Devia, J., 2003).

Las pectinas, son en la actualidad, ingredientes muy importantes en la industria de los alimentos, para hacer gelatinas, helados, mermeladas, salsas y quesos. También se emplean en otras industrias, como la farmacéutica, que requieren modificar la viscosidad de sus productos y en la industria de plásticos, así como en la fabricación de productos espumantes, como agente de clarificación y aglutinantes. (Devia, J., 2003).

1.2 JUSTIFICACIÓN

Bolivia importa pectina de países como México, Suiza, Dinamarca, Brasil; en el año 2014 la importación de pectina en Bolivia ascendió a 32 toneladas, generando altos

costos por concepto de importación. La pectina es utilizada principalmente en la industria alimentaria, es un aditivo necesario en la elaboración de un gran número de productos a base de fruta, también es utilizada para mejorar la consistencia y la estabilidad de las pulpas en bebidas en base a jugos y actúa como estabilizante de las proteínas en ambiente ácido, además, tiene aplicaciones en el sector farmacéutico y cosmético.

Tabla N° I-1: Importaciones nacionales de materias pécticas (2010 – 2014)

Exportadores	2010	2011	2012	2013	2014
	Cantidad importada (Tn)	Cantidad importada (Tn)	Cantidad importada (Tn)	Cantidad importada (Tn)	Cantidad importada (Tn)
Mundo	12	19	13	15	32
México	6	14	7	11	25
Suiza	3	3	3	2	4
Dinamarca	1	1	1	1	2
Brasil	3	2	2	2	1

Fuente: Cálculos del CCI basados en estadísticas de UN COMTRADE. TRADE MAP. 2015.

Tabla N° I-2: Valores de la importación nacional de materias pécticas (2014)

Exportadores	Valor importado en 2014 (miles de dólares U\$D)	Cantidad importada en 2014 (Tn)
Mundo	567	32
México	453	25
Suiza	63	4
Dinamarca	34	2
Brasil	16	1

Fuente: Cálculos del CCI basados en estadísticas de UN COMTRADE. TRADE MAP. 2015.

En Bolivia no existe producción industrial de pectina, por lo que se recurre al mercado internacional para adquirir esta materia prima, la cual tiene un alto costo comercial a pesar de que a nivel industrial proviene de desechos o productos subvalorados como cáscara de frutas.

El consumo de plátano como fruta en el país genera gran cantidad de residuos que contaminan el medio ambiente, éstos se convierten en un problema sanitario que ayuda a la proliferación de insectos, hongos, bacterias y olores provenientes de su descomposición. Por otra parte, si no se controla la eliminación de residuos biodegradables, se puede causar varios problemas adicionales, entre ellos la liberación generalizada de gases de efecto invernadero que afectan la salud de la población por el fortalecimiento de los agentes patógenos humanos.

La presente investigación pretende aprovechar de manera óptima los desechos de plátano, una fruta importante en la economía nacional, transformando su cáscara en subproductos con alto valor agregado como la pectina (una materia prima requerida en la industria alimentaria, farmacéutica y de plásticos), y así disminuir el impacto negativo al medio ambiente.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo General

Obtener (a escala laboratorio) pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) cultivado en el trópico boliviano.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar la materia prima: cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) cultivado en el trópico boliviano.
- Determinar los valores óptimos de las variables de proceso durante la obtención de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) cultivado en el trópico boliviano.
- Caracterizar físico-químicamente la pectina obtenida a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) cultivado en el trópico boliviano.
- Determinar el costo de producción (a escala laboratorio) de pectina a partir cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) cultivado en el trópico boliviano.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 HISTORIA DEL PLÁTANO

Los plátanos son nativos del sudeste de Asia, donde han sido cultivados desde hace miles de años. Se cree que los plátanos fueron introducidos en África en tiempos prehistóricos. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Evidencias recientes sugieren que los plátanos fueron introducidos en el Nuevo Mundo (Ecuador) alrededor del año 200 A.C. por inmigrantes provenientes del sudeste asiático. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Más recientemente, a principios del siglo XVI, los plátanos fueron introducidos por los exploradores portugueses y españoles en las Islas Canarias. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

La susceptibilidad a las heladas impide que los plátanos extiendan su distribución más allá de las áreas tropicales y subtropicales cálidas. Sin embargo, los plátanos se cultivan comercialmente en numerosas áreas subtropicales de Australia, Marruecos, Sudáfrica, Egipto, Israel, Islas Canarias, etc. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Los plátanos constituyen una fuente importante de alimentos en parte de África, sur de India y en toda América tropical, esto se debe a la estabilidad y relativa facilidad de producción de este fruto y el alto valor nutritivo del mismo. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

2.2 TAXONOMÍA DEL PLÁTANO

El nombre científico *Musa paradisiaca* y los nombres comunes *banano*, *banana*, *plátano*, *cambur*, *topocho* y *guineo* hacen referencia a un gran número de plantas herbáceas del género *Musa*, tanto híbridos obtenidos horticulturalmente a partir de especies silvestres *Musa acuminata* y *Musa balbisiana* como cultivares genéticamente puros de estas especies. Clasificado originalmente por Carlos Linneo como *Musa paradisiaca* en 1753, la especie tipo del género *Musa*. Estudios

posteriores han llevado a la conclusión de que la compleja taxonomía del género incluye numerosos híbridos, de variada composición genética, y se ha desarrollado un sistema estrictamente sui géneris de clasificación para dar cuenta de esta variación. Sin embargo, de acuerdo a las reglas del Código Internacional de Nomenclatura Botánica, el nombre linneano cuenta con prioridad, y sigue siendo usado – tanto es su forma original como en la modificada *Musa x paradisiaca*, que indica que se trata de un híbrido – para designar genéticamente a estas variedades. (Musa bananera, 2012).

Tabla N° II-1: Taxonomía del Plátano

Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Liliopsida
Orden	Zingiberales
Familia	Musaceae
Género	Musa
Especie	M. paradisiaca

Fuente: Wikipedia. 2016.

2.3 MORFOLOGÍA DEL PLÁTANO

2.3.1 La planta de plátano

La planta de plátano consiste de uno o más falsos tallos: sus partes erectas se asemejan a troncos, tienen un rizoma subterráneo y un sistema de raíces fibrosas. El falso tallo constituye el tronco funcional que sostiene a las hojas, flores y frutos. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Figura N° 2-1: Planta de plátano

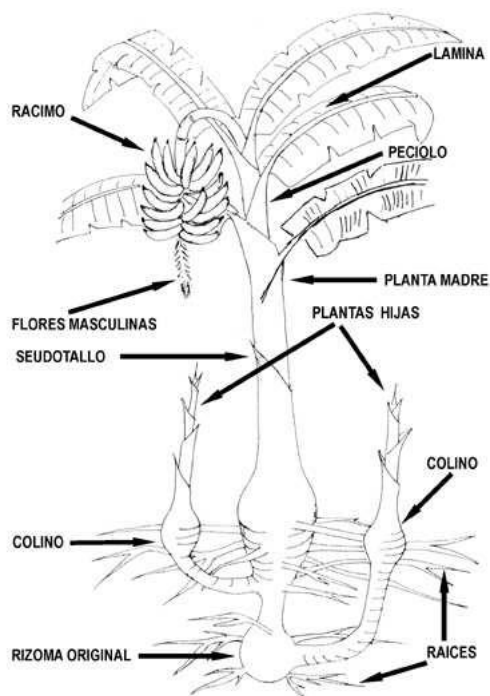


Fuente: *Musa x paradisiaca*. 2016.

2.3.2 El rizoma del plátano

Es un tallo subterráneo con numerosos puntos de crecimiento (meristemos) a partir de los cuales surgen los falsos tallos, las raíces y los tallitos donde surgirán las flores y frutos. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Figura N° 2-2: Esquema de una planta de plátano



Fuente: Los Plátanos en Florida. 1998.

2.3.3 Las hojas del plátano

Las hojas del plátano están formadas por una estructura tubular llamada vaina, un peciolo grueso y un limbo o lámina. Un grupo de numerosas vainas se disponen concéntricamente y de forma muy apretada para formar los falsos tallos, los cuales pueden poseer hasta 40 vainas durante su vida. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

2.3.4 Las raíces del plátano

Un gran número entre 200 y 500 raíces fibrosas salen del rizoma. En los suelos fértiles, bien drenados y profundos las raíces se pueden extender 5 pies (1.5 m) en profundidad y hasta 16 pies (4.9 m) lateralmente. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

2.3.5 Las flores del plátano

Las inflorescencias emergen del centro de los falsos tallos a los 10 - 15 meses de haberse sembrado, es este momento, de 26 a 32 hojas deben haber surgido. Las flores se disponen en forma de espiral a lo largo del eje de la inflorescencia en grupos de 10

a 20 y están cubiertas por brácteas (hojas modificadas) carnosas de color púrpura-verdoso. Las brácteas se caen a medida que el desarrollo de las flores progresa. Las primeras flores que emergen son femeninas. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

En las variedades comestibles, los ovarios crecen rápidamente sin polinización y se transforman en grupos de frutos llamados “manos”. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Las últimas flores en surgir son las masculinas. En los plátanos, la parte masculina de la inflorescencia y/o las flores masculinas pueden estar ausentes o reducidas grandemente. El tiempo que demoran los frutos para poder recolectarse varía entre 80 y 180 días y depende de la temperatura ambiental, la variedad, la humedad del suelo y las prácticas hortícolas. (Crane J. y Balerdi C., 1998).

Figura N° 2-3: Flor del plátano



Fuente: Musa x paradisiaca. 2016.

2.3.6 El fruto de plátano

El fruto tarda entre 80 y 180 días en desarrollarse por completo. En condiciones ideales fructifican las flores femeninas, éstas adoptan una apariencia dactiliforme que lleva a que se denomine mano a las hileras en las que se disponen. Por espiga puede llegar a haber entre 5 y 20 manos, aunque normalmente se trunca la misma de forma

parcial para evitar el desarrollo de frutos imperfectos. En total cada espiga puede llegar a producir de 300 a 400 frutos, pesando más de 50 Kg.

El fruto es una falsa baya epígina de 7 a 30 cm de largo y de diámetro de hasta 5 cm, que forma un racimo compacto. Está cubierto por un pericarpio coriáceo verde en el ejemplar inmaduro y amarillo intenso, rojo o bandeado verde y blanco al madurar. Es de forma lineal o falcada, entre cilíndrica y marcadamente angulosa según la variedad. El extremo basal se estrecha abruptamente hacia un pedicelo de 1 a 2 cm. La pulpa es blanca a amarilla, rica en almidón y azúcares; en los plátanos puede resultar algo astringente o gomosa por su contenido en látex y farinoso. (Wikipedia, 2016).

Figura N° 2-4: Fruto del plátano



Fuente: Musa x paradisiaca. 2016.

2.4 PRODUCCIÓN DE PLÁTANO

Los plátanos son cultivos perennes que crecen con rapidez y pueden cosecharse durante todo el año. En el año 2000, se cultivó una superficie aproximada de 9 millones de hectáreas. El promedio de la producción mundial en 1998 – 2000 fue de

92 millones de toneladas anuales y en 2001 se estimó en 99 millones de toneladas. Estas cifras son una aproximación, ya que la mayor parte de la producción mundial de plátano, casi el 85%, procede de parcelas relativamente pequeñas y huertos familiares en donde no hay estadísticas. En muchos países en desarrollo, la mayoría de la producción de plátano se destina al autoconsumo o se comercia localmente, desempeñando así una función esencial en la seguridad alimentaria. (FAO, 2001).

2.4.1 Producción mundial

Se estima que la producción mundial de plátano creció un 30% en los años noventa. No es posible determinar el valor exacto del cultivo porque solo la séptima parte de los plátanos producidos llegan al mercado internacional. El valor total del comercio internacional del plátano oscila entre 4500 y 5000 millones de dólares USD. anuales. (FAO, 2001).

Para el año 2011, la producción de plátanos en el mundo fue de aproximadamente 145,4 millones de toneladas, los países mayores productores se detallan en la siguiente tabla. (Agri-Food Bussines Development Centre, 2012).

Tabla N° II-2: Mayores productores (2011)

País	Millones de toneladas	Porcentaje del total mundial
India	29,7	20%
Uganda	11,1	8%
China	10,7	7%
Filipinas	9,2	6%
Ecuador	8,0	6%
Brasil	7,3	5%
Indonesia	6,1	4%
Colombia	5,1	4%
Camerún	4,8	3%
Tanzania	3,9	3%
Resto	49,6	34%
Total mundial	145,4	100%

Fuente: Agri-Food Bussines Development Centre. 2012.

2.4.2 Producción de plátano en Bolivia

En Bolivia actualmente existen 63,89 hectáreas de plátano cultivadas, la zona de mayor producción es el trópico de Cochabamba (según la Secretaria Nacional de Agricultura y Ganadería), cubriendo el mercado de consumo regional, nacional, y el mercado internacional, aunque en pequeña escala.

En la región de Caranavi y adyacentes (Yungas – La Paz), actualmente, existen 6 hectáreas de producción orgánica de este cultivo, de los cuales el 85% tiene como principal mercado el desayuno escolar a las ciudades de La Paz y El Alto y el 15% restante el mercado nacional. (IBCE, 2008).

La tabla II-3 muestra las cantidades de plátano producidas en el país desde el año 2008 hasta el 2013:

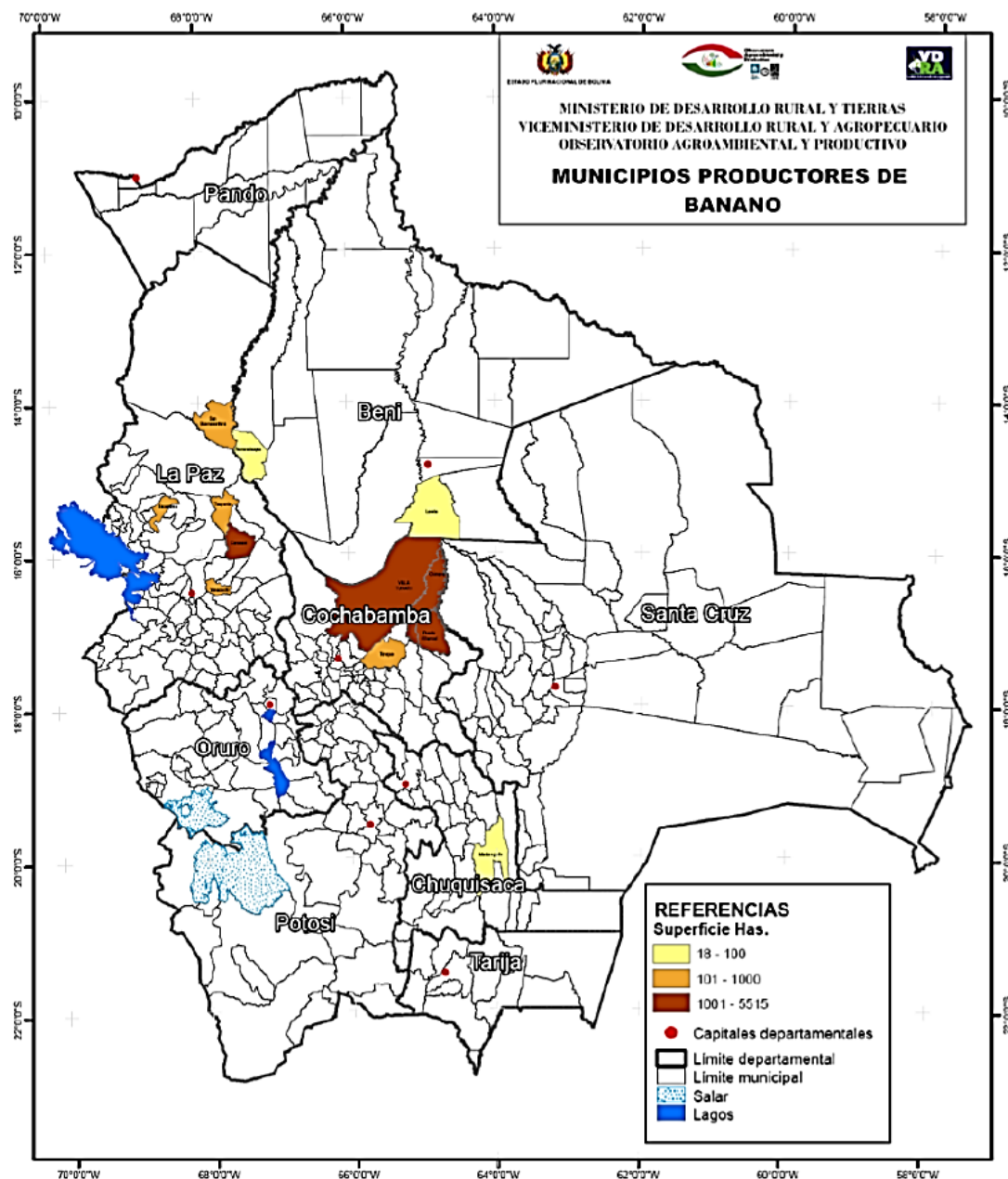
Tabla N° II-3: Producción nacional de plátano (2008 - 2013)

Año	Producción (Tn)
2008	317,76
2009	328,49
2010	338,90
2011	336,27
2012	311,45
2013	335,96

Fuente: Instituto Nacional de Estadística. 2014

Se cultivan siete variedades de esta fruta en el país: banano – cavendish, banano – dulce cajita (lady’s finger), banano – fhia 18, banano – grandnaine, banano – mokotaqui, banano – Williams, más una variedad de plátano papancha (french plantain); el único producto industrializado con presencia en el mercado es el banano deshidratado o “kisa”. La harina de plátano se dejó de producir ya que no es un producto rentable. (IBCE, 2008).

Figura N° 2-5: Ubicación geográfica de zonas productoras de plátano en Bolivia



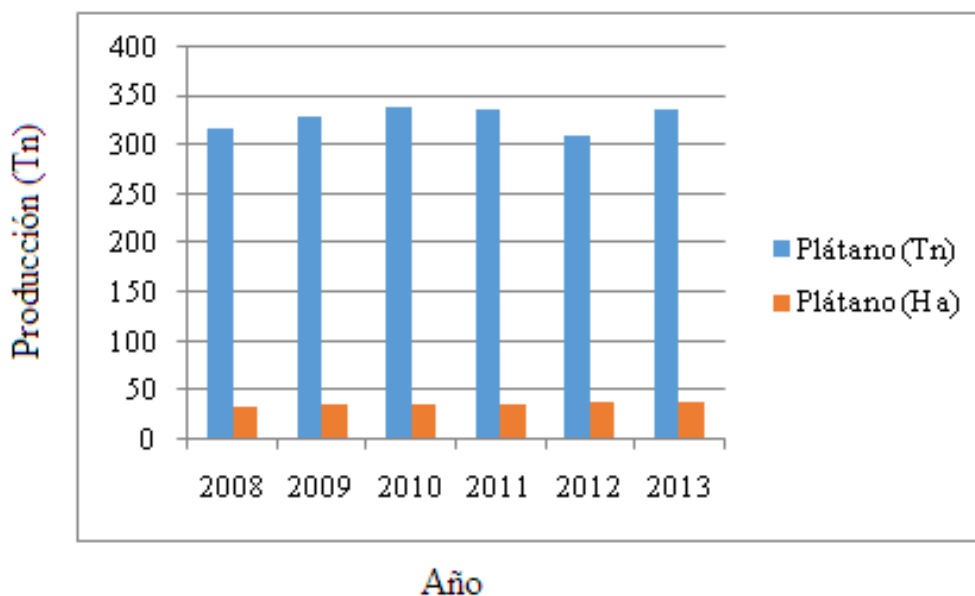
Fuente: SENASAG. 2014.

A pesar de notarse un ligero descenso, la producción de plátano en Bolivia se incrementó de manera considerable tras las políticas productivas impuestas por el gobierno para este sector, como la ley N° 144 “Revolución Productiva Comunitaria

Agropecuaria” que definen al cultivo del plátano en calidad de rubro estratégico. (Perfil Producto Banana, 2014).

La siguiente figura muestra el comportamiento de la producción de plátano, de acuerdo a la superficie cultivada en hectáreas (Ha), toneladas métricas (Tn) y según campaña agrícola:

Figura N° 2-6: Bolivia, comportamiento de la producción de plátano



Fuente: Instituto Nacional de Estadística. 2014.

2.4.2.1 Consumo y usos del plátano

El consumo de plátanos, generalmente, es en forma de fruta fresca, pero este no es el único segmento, también se encuentran en el segmento de postres y en el de alimentos dietéticos.

El plátano procesado se consume de diversas maneras, como por ejemplo en postres o bebidas, mezclado con otras frutas, deshidratado, etc. Las preparaciones más comunes son: deshidratado, cortado en rodajas, mermelada, concentrado en jugo, puré, en polvo y harina. (Perfil Producto Banana, 2014).

Figura N° 2-7: Formas de plátano procesado

Fuente: Perfil Producto Banana. 2014.

2.4.2.2 Exportaciones

En 2013, 107,54 toneladas (TradeMap) fueron exportadas a países como: Argentina, Perú, Uruguay, Chile y Brasil; representando el 33 % de la producción nacional en ese año, el resto fue destinado al mercado nacional.

Tabla N° II-4: Exportación nacional de plátano (2013)

Importadores	Cantidad exportada en 2013 (Tn)
Mundo	107,54
Argentina	97,19
Perú	7,32
Uruguay	1,29
Chile	1,74
Brasil	1

Fuente: Cálculos del CCI basados en estadísticas de UN COMTRADE. TRADE MAP. 2015.

2.5 CÁSCARA DE PLÁTANO

El 95% de los residuos del plátano son usados como abono, desconociendo su valor agregado. (Betancurt Á., 2011).

Desafortunadamente, los residuos que se generan del plátano no son aprovechados de manera eficiente por el agricultor, ya que su producción está destinada a la

comercialización o como opción alimenticia para el hogar, por lo que después de usar el fruto destina lo restante a abono para la cosecha, por medio de su descomposición.

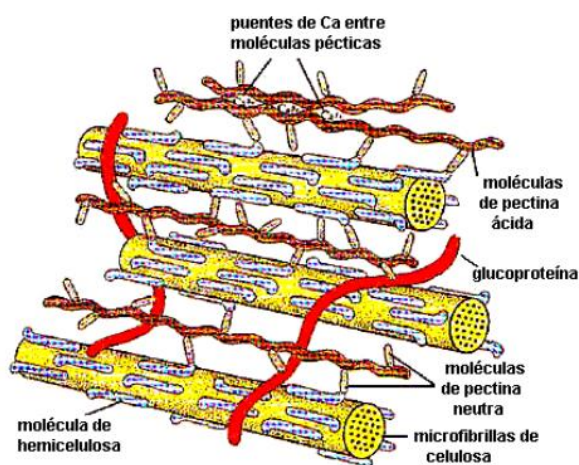
Según el Doctor en Química y docente de la UN en Manizales, Carlos Ariel Cardona, estos residuos no ayudan a la nutrición del suelo, sino que por el contrario impactan negativamente el medioambiente al generar el crecimiento de diversos microorganismos en zonas donde no deberían crecer, se pueden afectar otros cultivos, acumular agua y formar hongos en lugares inadecuados. (Betancurt Á., 2011).

En el ámbito industrial, estos residuos sirven para la fabricación de etanol y butanol, fibras (empaques, embalajes, artesanías), compostados (abono natural), papel, jarabes medicinales y opciones alimenticias como dulce de plátano verde, plátanos conservados en frío, pectina, harina de plátano, hojuelas secas o fritas y tintes naturales. (Betancurt Á., 2011).

2.6 PECTINAS

Las sustancias pécticas son un constituyente importante de los tejidos vegetales y se encuentran principalmente en la pared celular primaria, también se encuentran entre las paredes celulares, donde actúan como cemento intercelular. (Vaklavik, V., 1998).

Figura N° 2-8: Estructura de la pared celular de los tejidos vegetales



Fuente: Sustancias Pécticas. 2013.

Estas sustancias están presentes en todas las plantas. Algunas son especialmente ricas en estos productos. La tabla N° II-5 muestra el contenido en pectina de las fuentes más importantes desde el punto de vista industrial.

Tabla N° II-5: Contenido de pectina en algunos vegetales

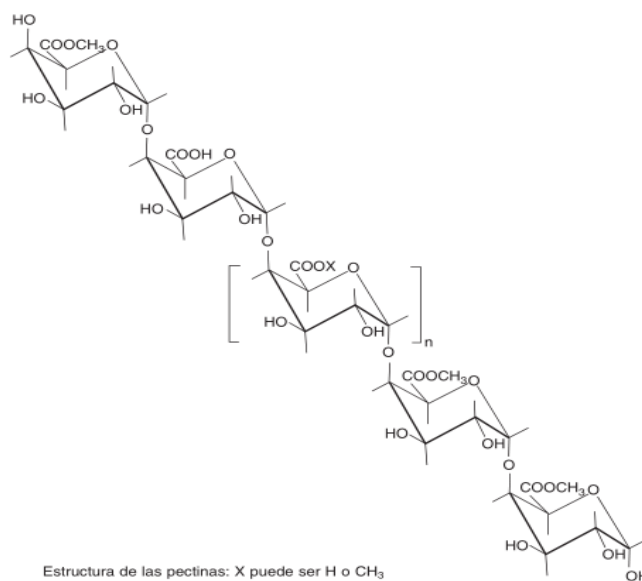
Producto	Porcentaje de pectina (% p/p) sobre	
	Materia fresca	Materia seca
Cáscaras de manzana	3	17
Cáscaras de limón	3	32
Cáscaras de naranja	4	35
Pulpa de remolacha	1	28

Fuente: Introducción a la Química Industrial.

2.6.1 Estructura química de las pectinas

Comprenden un extenso grupo de polisacáridos vegetales cuya estructura básica está integrada por moléculas de ácido D-galacturónico, unidos por enlaces glucosídicos α -D-(1,4), en la cual algunos de los carboxilos pueden estar esterificados con metanol. (Badui, S., 2006).

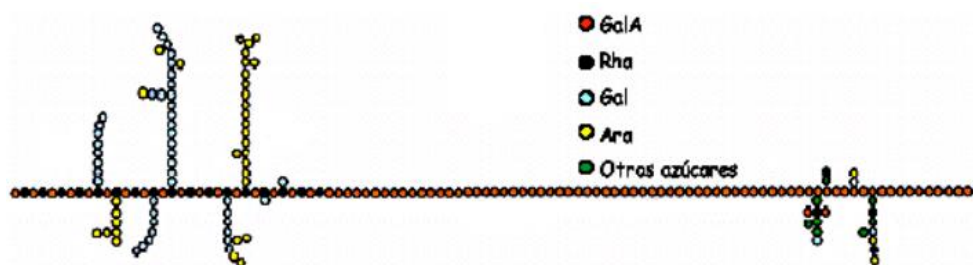
Figura N° 2-9: Estructura de las pectinas



Fuente: Química de los Alimentos. 2006.

En algunos casos, la cadena lineal de ácido D-galacturónico se interrumpe por la presencia de L-ramnosa (unida mediante enlaces 1-2) y de la que surgen ramificaciones con una longitud de entre 1 y 20 monosacáridos neutros (fundamentalmente D-galactosa, L-arabinosa y D-xilosa). (Barraza, G., 2013).

Figura N° 2-10: Hipotética estructura de los dominios de una molécula de pectina



Fuente: Sustancias Pécicas. 2013.

La pectina obtenidas de frutas, y en general de materiales vegetales, varían en el contenido de metoxilo y grado de gelificación. En la pectina comercial, el contenido de metoxilo se halla entre el 8 y el 11%, ésta puede formar geles con un contenido de 65% de sólidos solubles (azúcar). La pectina varía en la longitud de la cadena principal y los elementos involucrados en su estructura, lo cual compromete su capacidad de fluir. (Cabarcas, E. et al., 2012).

Según el grado de esterificación, la pectina se clasifican como pectina de alto metoxilo y de bajo metoxilo. Los dos grupos tienen diferentes propiedades y gelifican bajo condiciones diferentes. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.7 CLASIFICACIÓN DE LAS SUSTANCIAS PÉCTICAS

Se pueden distinguir dos clases principales de sustancias pécicas: los ácidos pectínicos entre los que se encuentra la pectina, que solo tienen una porción de sus ácidos galacturónicos como ésteres metílicos, y los ácidos pécicos, que solo contienen moléculas de ácido galacturónico libre de esterificación. (Badui, S., 2006).

2.7.1 Protopectina

La protopectina, altamente esterificada con metanol y muy insolubles en agua, se encuentra en los tejidos inmaduros de los frutos y le da la textura rígida. Sin embargo, la acción de la enzima protopectinasa hace que se convierta en pectina soluble o ácido pectínico, en un proceso que ocurre durante la maduración y que trae consigo el ablandamiento del fruto. (Badui, S., 2006).

2.7.2 Ácidos pectínicos

Son los ácidos galacturónicos coloidales que contienen una apreciable proporción de grupos metoxilo. Estos ácidos bajo condiciones adecuadas, son capaces de formar geles con azúcar y ácido, o si presentan un bajo contenido en metoxilo, con determinados iones metálicos. Las sales de los ácidos pectínicos se denominan pectinatos. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

2.7.3 Pectina

La pectina es un producto purificado de carbohidratos, obtenido por la extracción acuosa (en medio ácido) de las plantas, principalmente de los frutos comestibles, es muy soluble en agua caliente y se une con el azúcar y los ácidos de la fruta para formar un gel. (Acevedo, V. Y Ramírez, D., 2011).

Constituye aproximadamente el 30% del peso seco de la pared celular primaria de células vegetales.

De las sustancias pécticas, la pectina es la más abundante e importante, se encuentra en mayor cantidad en los frutos inmaduros y especialmente en algunos tejidos suaves, como en la cáscara de cítricos (naranja, limón, toronja, lima), en las manzanas, las peras, etc. Aun dentro del propio vegetal existe una distribución de las pectinas, las más esterificadas están en la parte más interna, y las menos esterificadas en la periferia. (Badui, S., 2006).

2.7.4 Ácidos pécticos

Son aquellas sustancias pécticas constituidas principalmente por ácidos galacturónicos libres de grupos metoxilo. Las sales de estos ácidos se denominan pectatos y reaccionan fácilmente con los iones calcio de las células para producir compuestos insolubles en los jugos de frutas. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

2.8 CLASIFICACIÓN DE LA PECTINA

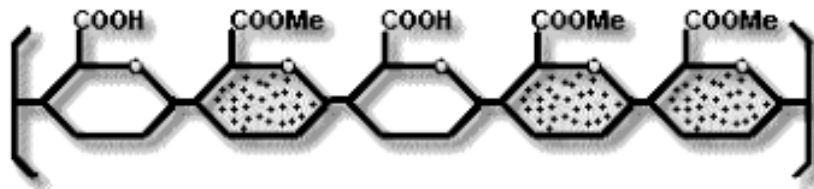
2.8.1 Pectina de alto metoxilo (HM)

Tiene una elevada proporción, normalmente 50-58% de grupos carboxilo esterificados con metanol. El elevado grado de esterificación de la pectina de alto metoxilo influye sobre sus propiedades y mientras mayor sea la proporción de grupos carboxilo esterificados, mayor es la temperatura de gelificación. Esta pectina forma geles en condiciones de pH entre 2,8 y 3,5 y un contenido de sólidos solubles (azúcar) entre 60 y 70%. (Cabarcas, E. et al., 2012).

A su vez, la pectina de alto metoxilo se subdivide en dos grupos:

- De gelificación rápida (Rapidset), ésta gelifica en un tiempo menor a 5 minutos y tienen un grado de esterificación entre el 68 y el 75%.
- De gelificación lenta (Slowset), gelifica después de 5 minutos, su grado de esterificación se encuentra entre el 60 y 68%.

Figura N° 2-11: Pectinas con alto grado de metoxilo

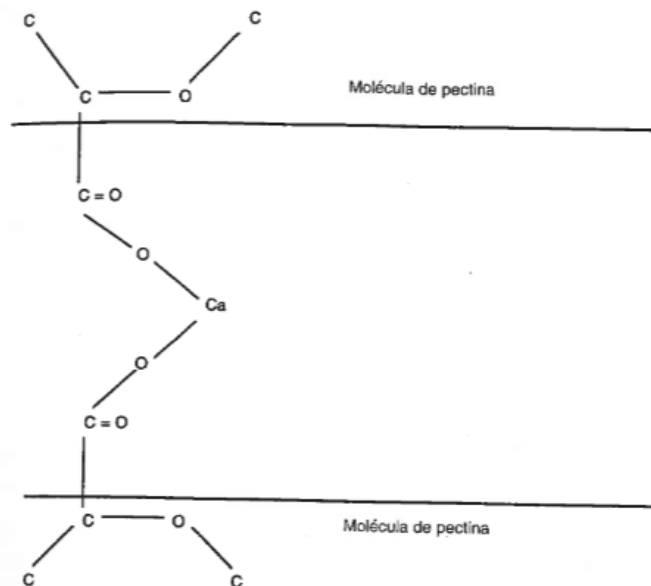


Fuente: Extracción y Caracterización de Pectina a partir de Cáscaras de Plátano para Desarrollar un Diseño General del Proceso de Producción. 2012.

2.8.2 Pectina de bajo metoxilo (LM)

La pectina de bajo metoxilo tiene la mayoría de los grupos carboxilos libres. En realidad, solo 20 – 40% de los grupos carboxilo están esterificados. Por tanto, la mayoría están disponibles para formar enlaces cruzados con iones divalentes como calcio, como se muestra en la figura. (Vaklavik, V., 1998).

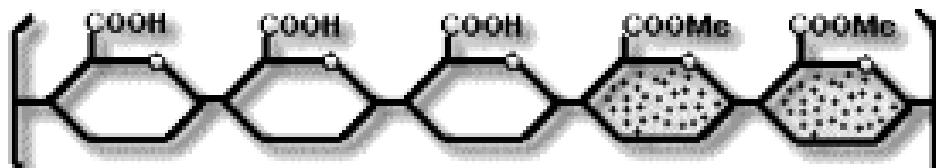
Figura N° 2-12: Enlaces Cruzados en pectina de bajo metoxilo.



Fuente: Fundamento de ciencia de los alimentos. 1998.

Si se forman suficientes enlaces cruzados, se puede obtener una red tridimensional que atrapa líquido, formando un gel. La pectina de bajo metoxilo, por lo tanto, forma geles en presencia de iones divalentes sin necesitar azúcar o ácido.

Figura N° 2-13: Pectinas con bajo grado de metoxilo

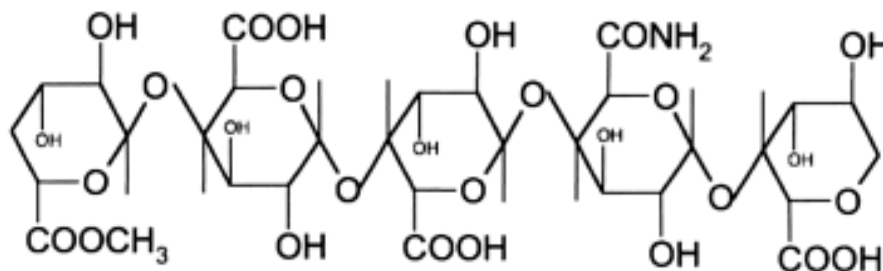


Fuente: Extracción y Caracterización de Pectina a Partir de Cáscaras de Plátano para Desarrollar un Diseño General del Proceso de Producción. 2012.

2.8.3 Pectina de bajo metoxilo amidadas (LMA)

Es de bajo contenido de metoxilo, se obtiene a partir de pectinas de alto metoxilo mediante la desesterificación alcalina en presencia de amoníaco, por tanto, sus grupos metoxilo son sustituidos por una amida. Esta clase de pectina de bajo metoxilo se caracteriza en que no requiere la adición de calcio para gelificar, es suficiente con el calcio presente en los frutos, además de que forma geles termorreversibles. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

Figura N° 2-14: Pectinas de bajo metoxilo amidadas



Fuente: Obtención y Caracterización de Pectina a Partir de la Cascarilla de Cacao. 2014.

2.9 MECANISMO DE GELIFICACIÓN DE LA PECTINA

Cuando la pectina entra en solución acuosa, sus grupos carboxilo se disocian parcialmente para formar iones carboxilo con carga negativa ($R-COO^-$) provocando así el aumento de la carga negativa de las moléculas y la recíproca repulsión entre ellas, favoreciendo así, la disociación de la pectina. (Barraza, G., 2013).

La adición de azúcar y de ácido modifica completamente este cuadro:

- El azúcar desarrolla una acción deshidratante sobre la pectina y la lleva al límite de la solubilidad.
- El ácido, liberando iones hidrógeno positivos, neutraliza la acción de los iones carboxilos negativos, reduce al mínimo el aumento de la carga eléctrica y la disociación de la pectina y favorece las uniones físicas de sus moléculas.

De la acción mutua entre el azúcar y del ácido sobre la pectina en solución, a temperatura suficiente para facilitar la solubilización y las uniones físicas de los componentes, nace la típica estructura reticular que, al enfriarse solidifica en forma de gel. (Barraza, G., 2013).

2.10 PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DE LAS PECTINAS

2.10.1 Solubilidad

El agua es el mejor solvente para la pectina, también es soluble en formamida, dimetilformamida y glicerina caliente. La pectina es insoluble en solventes orgánicos y en soluciones de detergentes cuaternarios, polímeros, proteínas y cationes polivalentes; estos agentes son empleados para precipitar la pectina de las soluciones luego de un proceso de hidrólisis por tratamiento de la materia prima. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.10.2 Grado de gelificación

Se define como los gramos de azúcar necesarios para formar un gel de firmeza estándar con un gramo de pectina, bajo condiciones controladas de acidez y sólidos solubles. (Acevedo, V. y Ramírez, D., 2011).

Los gramos de azúcar necesarios para formar gel se expresan como grados SAG. La pectina es el agente formador de gel, mientras que los sólidos (azúcar) y el ácido son los agentes modificadores que logran la transformación física de ésta, convirtiendo el jarabe en gel. La pectina comercial de buena calidad tiene grados de gelificación entre los 130 y 150° SAG. (Acevedo, V. y Ramírez, D., 2011).

2.10.3 Acidez

En su estado natural, las pectinas son neutras, en solución tienen carácter ácido, el cual depende del medio y de su grado de esterificación. El pH de las soluciones de pectina varía entre 2,6 y 4,0 en función al grado de esterificación. La pectina tiene una constante de disociación de $0,1$ a 10×10^{-4} a 19° C. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.10.4 Viscosidad

Las pectinas forman soluciones viscosas en agua, esta propiedad está en función del grado de polimerización de la pectina, el pH, la temperatura, la concentración y la presencia de electrolitos. En las pectinas de alto grado de esterificación, la viscosidad de sus soluciones aumenta al aumentar su peso molecular, los grupos laterales y su concentración. El calcio y otros iones polivalentes aumentan la viscosidad de las soluciones de pectinas y algunas pectinas de bajo metoxilo pueden gelificar si la concentración de calcio supera un cierto límite. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.10.5 Peso molecular

El peso molecular de la pectina está relacionado con la longitud de la cadena, la viscosidad de las soluciones de pectina y su comportamiento en la gelificación depende de su peso molecular. (Cabarcas, E. et al., 2012).

La determinación del peso molecular de la pectina es difícil, debido parcialmente a la extrema heterogeneidad de las muestras y a la tendencia que tienen a agregarse, aun bajo condiciones desfavorables a la gelificación. Los pesos moleculares promedio viscoso de las pectinas y su distribución fueron estudiados sistemáticamente por viscosimetría y determinaron que los pesos moleculares promedio viscoso variaban de 20000 a 300000 g/mol. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.10.6 Grado de esterificación

Un factor importante que caracteriza a las cadenas de pectina es el grado de esterificación de los grupos carboxilo. Existe una amplia gama de grados de esterificación que va del 60% al 90%. El grado de esterificación tiene un papel muy importante en la firmeza y cohesión de los tejidos vegetales. La reducción del grado de esterificación tiene como consecuencia el aumento de la cohesión en la pectina, que es particularmente evidente en los tejidos calentados. El efecto de fortalecimiento de los tejidos implica los fenómenos separados. (Alfonso, E., 2010).

En tejidos frescos, la formación de carboxilos libres incrementa las posibilidades y la fortaleza de los enlaces calcio entre polímeros. En los tejidos calentados hay un

incremento en los enlaces de calcio y una disminución de la susceptibilidad de la pectina a despolimerizarse por la β – eliminación. (Alfonso, E., 2010).

2.10.7 Acción de las bases

La adición de una base, por ejemplo NaOH, permite obtener sales ácidas, luego los pectinatos neutros y después ocurre el fenómeno de demetoxilación o rompimiento de los ésteres metílicos. Los grupos metoxilo pueden ser separados de la molécula a baja temperatura, sin depolimerización. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.10.8 Acción de los ácidos

Los ácidos solubilizan la protopectina, por esta razón se emplea un medio ácido controlado en los procesos de extracción de pectina, los ácidos aceleran la separación de los metoxilos, si su efecto se continúa se afectan los enlaces glucosídicos α – D y se pueden romper. A un pH fuertemente ácido, temperaturas altas y tiempos largos de extracción, se presenta la descarboxilación con formación de CO₂ y furfural. A bajas temperaturas predomina la saponificación y a altas temperaturas la depolimerización. (Cabarcas, E. et al., 2012).

2.10.9 Acción de las enzimas

Las sustancias pécticas sufren otro tipo de degradación importante durante el desarrollo, maduración, transporte y deterioro mecánico de las frutas. Esta degradación se da por acción de las enzimas pectinolíticas presentes en todas las frutas. Las enzimas que pueden actuar sobre la pectina son la pectinmetilesterasa (PME) y la poligaractunosa (PG). La pectinmetilesterasa ataca a los grupos carboxilo esterificados con metanol, liberando los grupos ácidos y el metanol, la poligaractunosa, a su vez, ataca los enlaces entre las unidades de ácido galacturónico, disminuyendo el peso molecular de la pectina, cambiando todas las propiedades que dependen de ésta característica. (Suarez D. y Orozco D., 2014).

2.11 PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LAS PECTINAS

El procedimiento general para la obtención de pectina a escala de laboratorio de diferentes materias primas no cambia, en su esencia es el mismo para todas, los

procesos principales son: la inactivación de enzimas pécticas en las cáscaras, hidrólisis ácida y precipitación de la pectina. (Cabarcas, E. et al., 2012).

La inactivación de enzimas pécticas se realiza con el propósito de hacer el proceso de extracción más eficiente, seguido de una trituración de la materia prima. La extracción consiste en la hidrólisis ácida en condiciones específicas de pH, temperatura y tiempo, que son las variables independientes que determinan la calidad del producto y el rendimiento del proceso. Las etapas subsecuentes son la operación de clarificado, donde se separa la solución de pectina del bagazo, seguida por una precipitación con alcohol etílico y posterior centrifugado o filtrado, donde se aísla la pectina de dicha solución. Finalmente, la pectina húmeda se seca con aire caliente hasta una humedad apropiada, para luego lograr la homogeneización del tamaño de partícula del producto mediante el pulverizado, como última operación se tiene el envasado y almacenado. (Zegada V., 2015).

Figura N° 2-15: Proceso de extracción de pectina



Fuente: Extracción de Pectina de Residuos de Cáscara de Naranja por Hidrólisis Ácida asistida por Microondas (HMO). 2015.

2.12 APLICACIONES INDUSTRIALES DE LAS PECTINAS

Las pectinas son ampliamente usadas como ingredientes funcionales en la industria de los alimentos y como fuente de fibra dietética, debido a su habilidad para formar geles acuosos. Los geles de pectina son importantes para crear o modificar la textura de las mermeladas, jaleas, salsas, ketchup, mayonesas, confites; en la industria láctea para la fabricación de yogures frutados y productos lácteos bajos en grasa, en la industria de bebidas dietéticas para la preparación de refrescos, debido a su bajo contenido en carbohidratos, por sus propiedades estabilizantes y por incrementar la viscosidad. (Chasquibol, N. et al., 2008).

Se emplean también como agentes absorbentes de lipoproteínas (productos farmacéuticos para bajar de peso) y últimamente se está investigando su aplicación como membranas biopoliméricas cicatrizantes. (Navarro, G. y Navarro, S., 1985).

Se utiliza la pectina como materia prima en la elaboración de un gran número de preparados farmacéuticos, como ser: antidiarreicos, desintoxicantes y algunas drogas encapsuladas con una película de pectina para proteger la mucosa gástrica. (Navarro, G. y Navarro, S., 1985).

La pectina tiende a reducir la intolerancia a la glucosa en diabéticos, disminuye el nivel de colesterol en la sangre y de la fracción lipoproteica de baja densidad; asimismo, ayuda en la inhibición potencial del cáncer y su metástasis. (Chasquibol, N. et al., 2008).

En la industria cosmética, se emplea la pectina para la fabricación de pastas dentales, cremas, desodorantes, lociones de baño, champú, aceites, etc. Para ello se aprovechan sus propiedades suavizantes y estabilizantes. (Chasquibol, N. et al., 2008).

En la industria de plásticos, la pectina es útil en la fabricación de productos espumantes (agentes de clarificación y aglutinantes), también se utiliza como material absorbente de contaminantes de efluentes industriales líquidos, lo que demuestra el potencial y las aplicaciones futuras que se esperan de la pectina. (Chasquibol, N. et al., 2008).

2.13 FUNDAMENTOS TEÓRICOS DE LOS MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LA PECTINA

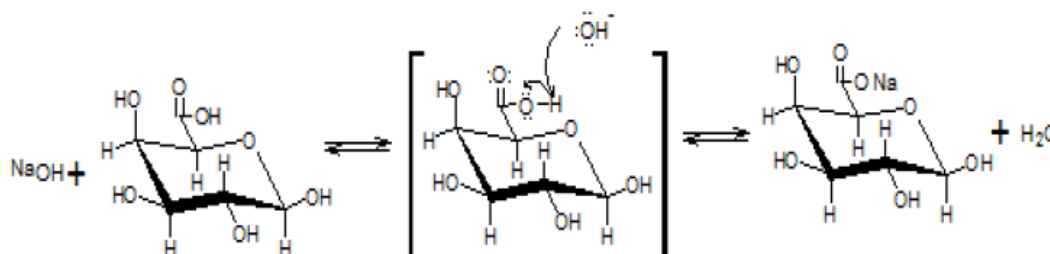
2.13.1 Peso equivalente

El método descrito de valoración ácido-base para determinar el peso equivalente de la pectina relaciona los miligramos del componente ácido (pectina) y los miliequivalentes de NaOH gastados en la valoración (Suárez D. y Orozco D., 2014), tal como se aprecia en la siguiente ecuación:

$$\text{Peso Equivalente} = \frac{\text{mg pectina}}{\text{meq NaOH}}$$

La estructura de la pectina está constituida principalmente por monómeros de ácido D-galacturónico, molécula que presenta el grupo carboxilo (COOH) como grupo funcional, por lo tanto, el peso equivalente representa el número de carboxilos libres, el cual reacciona con la base adicionada, de tal forma que su grupo funcional COOH, quien da las propiedades ácidas a la molécula, sufre la separación del protón debido a la acción de la base (Suárez D. y Orozco D., 2014), tal como se muestra en la figura:

Figura N° 2-16: Reacción química de la molécula de ácido D-galacturónico con NaOH



Fuente: Obtención y Caracterización de Pectina a partir de la Cascarrilla de Cacao del *Theobroma cacao L.*, Subproducto de una Industria Chocolatera Nacional. 2014.

2.13.2 Acidez libre

La acidez libre relaciona los miliequivalentes de NaOH consumidos en el ensayo del peso equivalente (que representan los carboxilos libres presentes en el componente

ácido) y el peso de la pectina en gramos (Suárez D. y Orozco D., 2014), de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Acidez Libre} = \frac{\text{meq NaOH}}{\text{g pectina}}$$

2.13.3 Porcentaje de metoxilo

Las moléculas de ácido D-galacturónico presentan grupos metoxilo, la cantidad de estos grupos funcionales permiten evaluar la facilidad de la pectina para formar geles, y así clasificarla como pectina de bajo metoxilo (LM), o de alto metoxilo (HM), además de determinar la sensibilidad de la pectina a la presencia de cationes polivalentes. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

Este indicador, corresponde al número de grupos metoxilo que se encuentran esterificando los grupos carboxílicos. El método para determinarlo se basa en la neutralización de los grupos carboxílicos con NaOH 0,1 N en presencia de rojo de fenol, agregando un exceso medido de NaOH 0,25 N, para saponificar los grupos -COOCH₃ que pasan a -COONa y finalmente se titula el exceso de NaOH, tal como se muestra en la figura N° 2-17.

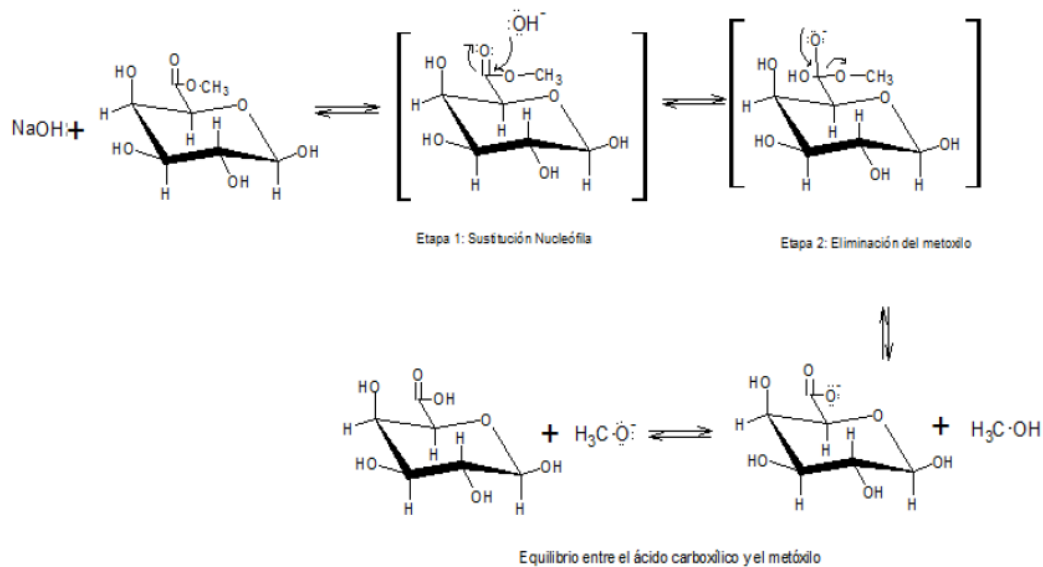
El porcentaje de metoxilo se determina partiendo de la solución que resulta de la valoración del peso equivalente, la que se coloca en un matraz con tapa esmerilada y se le adiciona 25 ml de NaOH 0,25 N y se agita fuertemente a temperatura ambiente, se deja en reposo unos 30 minutos, luego se le agrega 25 ml de HCl 0,25 N y se titula el exceso de HCl con NaOH 0,1 N. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

El Porcentaje de metilación, se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Metoxilo} = \frac{\text{meq B} * 31 * 100}{\text{Peso de pectina en mg}}$$

Donde 31 es el peso molecular del metoxilo (CH₃O⁻) expresado en mg/meq y meq B son los meq de NaOH gastados en la determinación del porcentaje de metoxilo.

Figura N° 2-17: Mecanismo de saponificación del ácido D-galacturónico



Fuente: Obtención y Caracterización de Pectina a partir de la Cascarilla de Cacao del *Theobroma cacao L.*, Subproducto de una Industria Chocolatera Nacional. 2014.

2.13.4 Grado de esterificación

El grado de esterificación relaciona los carboxilos de las moléculas de ácido D-galacturónico esterificados y los carboxilos totales de las moléculas de ácido D-galacturónico (Suárez D. y Orozco D., 2014), el cual se obtiene con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Grado de Esterificación} = \frac{meq B}{(meq A + meq B)} * 100$$

Donde meq A son los miliequivalentes de NaOH gastados en la determinación de acidez libre y meq B son los miliequivalentes de NaOH gastados en la determinación del porcentaje de metóxido. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

2.13.5 Porcentaje de ácido galacturónico anhidro

El porcentaje de ácido galacturónico anhidro (AUA), permite conocer el grado de pureza de la sustancia péctica, debido a que la pectina es un polisacárido constituido

no solo por ácido D-galacturónico, sino también en su estructura el 10% o más de la cadena pueden representar otros azúcares, como arabinosa, glucosa y ramnosa. Su determinación se fundamenta en el método de valoración descrito para la determinación de acidez libre y porcentaje de metoxilo (Suárez D. y Orozco D., 2014), relacionándolas con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ AUA} = \frac{\text{meq } B * 31 * 100 * \text{mg pectina}}{176 * 100 * (\text{meq } A + \text{meq } B)}$$

Donde 176 es el peso molecular del ácido galacturónico anhidro (AUA) expresado en mg/meq. (Shaha R., 2013).

2.13.6 Grado de Gelificación

Expresa la cantidad de azúcar (sacarosa) que gelificará una parte de pectina para obtener una firmeza dada bajo condiciones establecidas de pH = 3,2 – 3,5; de 65 a 70° Brix y pectina dentro de los límites de 0,2 a 1,5%. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

Para esta prueba, se prepara una escala entre 0,4 y 1,4 g de pectina, ésta se incluye a vasos de precipitación de 200 ml de capacidad, luego se lleva a ebullición hasta la disolución completa de la pectina, luego se agrega 100 g de sacarosa, se diluye completamente y se agrega agua hasta peso de 150 g, finalmente se adiciona ácido cítrico hasta obtener el pH adecuado (3,2 – 3,5), estos geles se dejan reposar por 24 horas y luego se procede a desmoldar evaluándose las características de cada uno de ellos en forma visual para calcular el grado de gelificación. (Suárez D. y Orozco D., 2014).

Se elige el gel que presenta las características más apropiadas y se aplica la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de Gelificación} = \frac{\text{g de sacarosa}}{\text{g de pectina}}$$

CAPÍTULO III
PARTE EXPERIMENTAL

CAPÍTULO III

PARTE EXPERIMENTAL

3.1 INTRODUCCIÓN

La parte experimental del presente trabajo “Obtención de Pectina a partir de Cáscara de Plátano (*Musa paradisiaca*) cultivado en el Trópico Boliviano” se realiza en las instalaciones del Laboratorio de Química de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho, ubicado en el Campus Universitario de la zona El Tejar.

3.2 EQUIPOS Y APARATOS

3.2.1 Balanza analítica

Se la utiliza para el pesado de cáscara de plátano, pesado de ácido cítrico, pesado de pectina húmeda, pesado de pectina seca. Las especificaciones técnicas de la balanza analítica son:

Marca:	ADAM
Capacidad Máx:	120 g
Precisión:	0.0001 g
Industria:	Reino Unido

Fotografía N° 3-1: Balanza analítica



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.2 Calentador eléctrico

Se utiliza para la inactivación enzimática, llevando a ebullición la solución de cáscara de plátano y agua. Las especificaciones técnicas del equipo son:

Marca:	MAGEFESA
Potencia:	3300 W
Industria:	España

Fotografía N° 3-2: Calentador eléctrico



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.3 Licuadora

Con este aparato se tritura y homogeniza la cáscara de plátano. El proceso se realiza hasta obtener una pasta homogénea. Tiene las siguientes especificaciones técnicas:

Marca:	HAMILTON BEACH
Potencia:	600 W
Capacidad:	1,25 L
Industria:	U.S.A.

Fotografía N° 3-3: Licuadora

Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.4 Calentador – agitador magnético

Se lo utiliza durante la etapa de hidrólisis ácida. El equipo es para calentar la solución de cáscara de plátano triturado en agua hasta la temperatura de proceso y mantenerla constante. Se emplea la agitación magnética para evitar que el material sólido se deposite en el fondo del recipiente de hidrólisis. Las características técnicas del equipo son:

Marca:	F.A.C.
Modelo:	AMC 20
Potencia:	400 W
Velocidad rotor:	2800 rpm
Temperatura de trabajo:	De ambiente hasta 200 °C
Industria:	Argentina

Fotografía N° 3-4: Calentador – agitador magnético



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.5 pH-metro digital de mesa

Este equipo se utiliza para medir el pH de las diferentes soluciones ácidas empleadas para la extracción de pectina, las especificaciones técnicas son:

Marca:	PHS – 3C
Rango de medida:	0.00 – 14.00
Industria:	U.S.A.

Fotografía N° 3-5: pH-metro digital de mesa



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.6 Bomba de vacío

Este equipo se utiliza para generar vacío en la etapa de filtración. Mediante esta operación se separó la solución de pectina del bagazo de cáscara de plátano. El equipo tiene las siguientes especificaciones técnicas:

Marca:	ROCKER
Potencia:	190 W
Máx. Vacío:	650 mmHg
Industria:	U.S.A.

Fotografía N° 3-6: Bomba de vacío



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.7 Centrifugadora

Se emplea para separar el gel precipitado de pectina del resto de la solución resultante de la filtración, el equipo tiene las siguientes especificaciones técnicas:

Marca:	MACROTEC
Potencia:	1200 W
Velocidad rotor:	5000 rpm
Capacidad:	16 tubos de 10 ml
Industria:	Argentina

Fotografía N° 3-7: Centrifugadora



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.8 Estufa

La estufa es utilizada para secar a 40° C la pectina húmeda obtenida en la centrifugación. Las especificaciones técnicas del equipo son:

Marca:	POL-EKO
Potencia:	2000 W
Rango de trabajo:	20 °C – 300 °C
Industria:	Polonia

Fotografía N° 3-8: Estufa



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.9 Tamizador

Se lo utiliza para tamizar la pectina molida y obtener un producto con un tamaño de partícula homogéneo, el equipo tiene las siguientes especificaciones técnicas:

Marca:	ORTOALRESA
Potencia:	120 W
Rango de partículas:	20 μ a 125 mm
Capacidad:	6 Kg de muestra
Industria:	España

Fotografía N° 3-9: Tamizador



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.2.10 Viscosímetro rotacional

Con este equipo se mide la viscosidad de los geles de pectina, con el propósito de determinar cuál presenta el mejor grado de gelificación. El equipo tiene las siguientes especificaciones técnicas:

Marca:	FUNGILAB
Modelo:	ALPHA-R
Velocidad rotor:	0,3 a 100 rpm
Rango de trabajo:	100 a 13000000 cP
Industria:	Alemania

Fotografía N° 3-10: Viscosímetro rotacional



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.3 MATERIALES DE LABORATORIO

En la realización de la parte experimental se deben utilizar los siguientes materiales:

Tabla N° III-1: Descripción del material utilizado

Material	Tipo	Capacidad/Tamaño	Cantidad
Vasos de precipitado	Vidrio borosilicato	1000 ml, 600 ml, 250 ml	16
Probetas	Vidrio borosilicato	100 ml, 50 ml, 10 ml	3
Kitasato	Vidrio borosilicato	500 ml	1
Embudo Buchner	Plástico	250 ml	1
Vidrio Reloj	Vidrio pyrex	Mediano	4
Tubos de Ensayo	Vidrio borosilicato	10 ml	20
Embudo	Vidrio borosilicato	25 ml	1
Varilla	Vidrio pyrex	Mediano	1
Mortero	Porcelana	Mediano	1
Cuchillo	Acero inoxidable	Mediano	1
Termómetro	-----	10 a 120° C	1
Bureta	Vidrio borosilicato	100 ml	1
Recipiente	Metálico	2000 ml	1
Malla de amianto	-----	Mediana	1
Bandeja	Vidrio pyrex	Grande	1
Erlenmayer	Vidrio borosilicato	250 ml	2
Espátula	Metálica	Pequeña	1
Frasco lavador	Plástico	600 ml	1
Filtro	Liencillo	Mediano	1

Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.4 REACTIVOS

Los reactivos empleados en la obtención de la pectina son:

- Ácido cítrico anhidro (sólido)
- Etanol al 96%
- Agua destilada

Los reactivos empleados para la caracterización de la pectina son los siguientes:

- Hidróxido de sodio 0,10 N
- Hidróxido de sodio 0,25 N
- Ácido clorhídrico 0,25 N

➤ Indicador rojo de fenol

3.5 DISEÑO FACTORIAL

En el diseño factorial se realizan todas las combinaciones posibles de los niveles de varios factores o variables que intervienen en el experimento.

Los diseños factoriales más sencillos son los diseños 2^k , k corresponde al número de factores que intervienen en el proceso, con dos niveles cada uno y requieren de 2^k experimentos. Cada factor se estudia a dos niveles: nivel o valor alto (+) y nivel o valor bajo (-).

Los experimentos a realizarse incluyen todas las combinaciones de cada nivel de un factor con todos los niveles de los otros factores.

k = número de factores; número de columnas

(+) = nivel o valor alto

(-) = nivel o valor bajo

2^k = número de experimentos; número de filas

Existen varios factores que pueden afectar en mayor o menor proporción al proceso de obtención de pectina, entre ellos se encuentran: pH, temperatura de trabajo, tiempo de hidrólisis. Estos factores pueden condicionar las variables de respuesta tales como grado de gelificación, contenido de metoxilo, grado de esterificación, rendimiento del proceso, entre otras.

En el presente Trabajo de Investigación se estudia cómo responde el rendimiento y el grado de gelificación a factores tales como pH (A), tiempo de hidrólisis (B) y temperatura(C).

3.5.1 Construcción del diseño factorial 2^k

Los factores escogidos y el dominio experimental se muestran en la tabla III-2:

Tabla N° III-2: Factores y dominio experimental

Factores	Dominio experimental	
	Nivel (-)	Nivel (+)
A: pH	1,5	2,5
B: Tiempo de hidrólisis (min)	60	90
C: Temperatura (°C)	70	80

Fuente: Elaboración propia. 2016.

Para conocer los efectos de un factor es suficiente hacerlo variar entre los extremos de su dominio experimental: entre el nivel -1 y +1. Además de su variación se debe realizar para cada posible combinación de los valores de los demás factores. Esto permitirá descubrir si el efecto depende de qué valor tomen los otros factores. Todas estas combinaciones están contempladas en el diseño factorial completo 2^3 de la tabla N° III-3. En total ocho experimentos correspondientes a 2 niveles de pH x 2 niveles de tiempo de hidrólisis x 2 niveles de temperatura de trabajo.

Tabla N° III-3: Matriz de experimentos

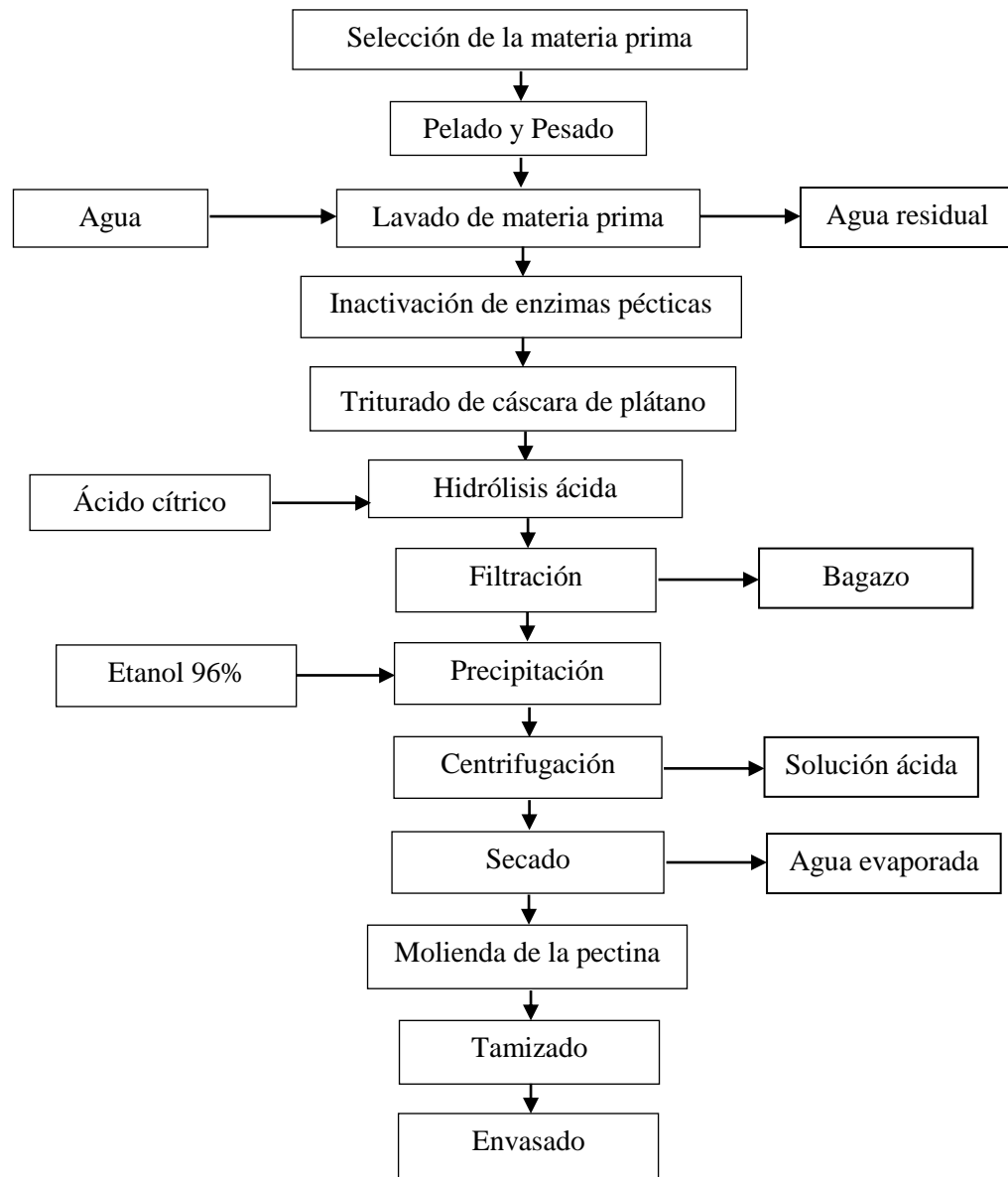
N°	Matriz de experimentos			Plan de experimentación			
	A	B	C	pH	Tiempo (min)	Temp. (°C)	Respuesta
1	-1	-1	-1	1,5	50	70	y ₁
2	+1	-1	-1	2,5	50	70	y ₂
3	-1	+1	-1	1,5	70	70	y ₃
4	+1	+1	-1	2,5	70	70	y ₄
5	-1	-1	+1	1,5	50	80	y ₅
6	+1	-1	+1	2,5	50	80	y ₆
7	-1	+1	+1	1,5	70	80	y ₇
8	+1	+1	+1	2,5	70	80	y ₈

Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa paradisiaca*)

En la siguiente figura se muestran las etapas del proceso:

Figura N° 3-1: Proceso de extracción de pectina a partir de cáscara de plátano



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.1 Materia prima

Durante la investigación experimental se utilizan plátanos maduros, los que fueron adquiridos en el mercado Campesino de la Ciudad de Tarija.

3.6.2 Selección de materia prima

Se seleccionan los plátanos que presentaron mejores condiciones, con la menor cantidad de magulladuras, en estado de madurez de consumo (cáscara amarilla), tal como se muestra en la figura:

Fotografía N° 3-11: Plátano maduro



Fuente: Elaboración propia. 2016.

De estos plátanos se retira la cáscara para realizar los experimentos de extracción de pectina.

3.6.3 Pesado

Para cada experimento, se pesan 50 gramos de cáscara de plátano fresca en una balanza analítica, para calcular posteriormente el rendimiento del proceso de extracción.

Fotografía N° 3-12: Pesado de cáscara de plátano



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.4 Lavado

En esta etapa se lava la cáscara de plátano con agua potable y luego con agua destilada para eliminar suciedades en la misma.

Fotografía N° 3-13: Lavado de cáscara de plátano



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.5 Inactivación de las enzimas pécticas

Para la inactivación de enzimas pécticas se sumergen las cáscaras pretratadas en agua destilada y se las lleva a ebullición durante un tiempo de 15 minutos en concentraciones de 300 gramos de cáscara por litro de agua. Esto contribuye a eliminar suciedades y microorganismos presentes en la cáscara.

Al finalizar esta etapa el agua se decanta y la materia prima queda lista para ser triturada.

Fotografía N° 3-14: Inactivación de enzimas pécticas de la cáscara de plátano



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.6 Triturado de cáscara de plátano

Para esta etapa se utiliza una licuadora, la cáscara se tritura en concentraciones de 300 gramos por litro de agua destilada hasta obtener una pasta homogénea.

Fotografía N° 3-15: Triturado de cáscara de plátano



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.7 Hidrólisis ácida

La cáscara de plátano triturada se coloca en un vaso de precipitado, luego se somete a calentamiento en un calentador – agitador magnético hasta alcanzar la temperatura de proceso: 70 – 80° C, que debe mantenerse constante durante el tiempo de hidrólisis: 50 – 70 min, el pH se ajusta a valores de entre 1,5 y 3, usando ácido cítrico anhidro. La mezcla se agita constantemente para evitar que el material sólido se deposite en el fondo del recipiente de hidrólisis.

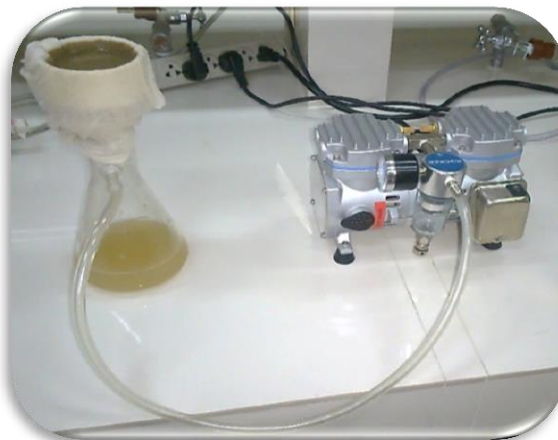
Terminado el tiempo de hidrólisis, la mezcla se enfría a 25° C en un baño maría inverso con agua a temperatura ambiente para evitar la degradación térmica de la pectina.

Fotografía N° 3-16: Hidrólisis ácida

Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.8 Filtración

Para la filtración de la solución de pectina se utiliza el sistema que se muestra en la fotografía N° 3-17, conformado por un Kitasato con un embudo Büchner conectado a una bomba de vacío.

Fotografía N° 3-17: Sistema de filtrado al vacío

Fuente: Elaboración propia. 2016.

En el proceso de filtración, se separa la solución hidrolizada (fase líquida) del bagazo de cáscara de plátano (fase sólida), la fase líquida tiene la pectina extraída de la cáscara de plátano.

Fotografía N° 3-18: Solución hidrolizada antes y después del filtrado



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.9 Precipitación

Se precipita la fase líquida con etanol al 96%, se usa un volumen de alcohol equivalente al 60% de la cantidad de solución a precipitar. Se deja reposar la solución durante 12 horas a temperatura ambiente.

Fotografía N° 3-19: Precipitación de pectina con etanol

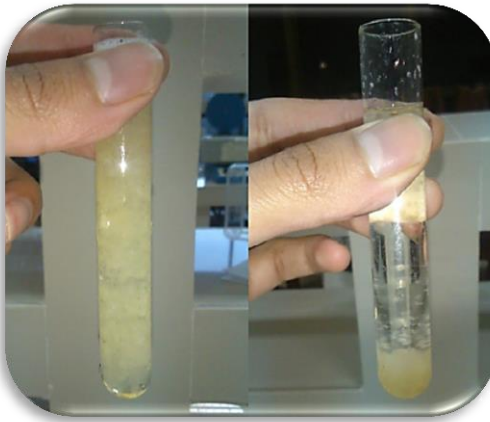


Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.10 Centrifugación

La solución precipitada se centrifuga a 3000 rpm durante 10 minutos y se separa la pectina de la fase líquida de la solución.

Fotografía N° 3-20: Separación de la pectina húmeda mediante centrifugación



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.11 Secado

La pectina húmeda se seca en una estufa, a 40° C, durante un tiempo de 24 horas.

Fotografía N° 3-21: Secado de la pectina



Fuente: Elaboración propia. 2016.

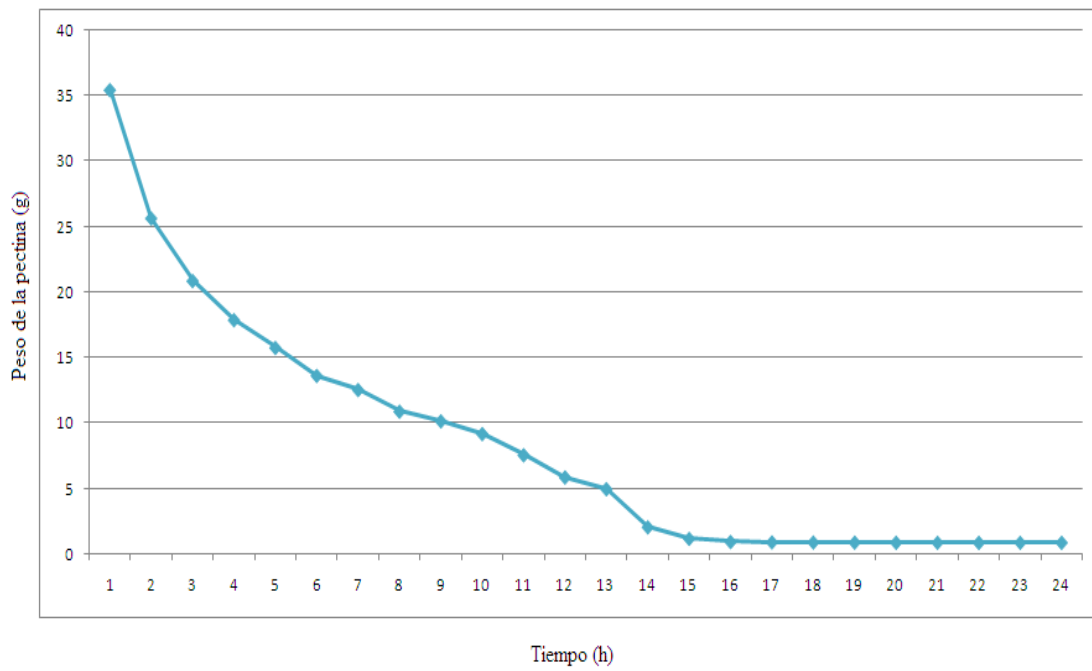
Para construir la curva de secado de la pectina húmeda se toma una muestra de 35,45 gramos; se somete la pectina húmeda a secado y se registra su peso en intervalos de una hora hasta peso constante. En la tabla N° III-4 se detallan los datos de pérdida de

peso de la pectina en el proceso de secado, y en la figura N° 3-2 se muestra la curva de secado de la pectina.

Tabla N° III-4: Datos de pérdida de peso de la pectina en función del tiempo de secado

Tiempo (h)	Peso de la pectina (g)	Tiempo (h)	Peso de la pectina (g)
1	35,45	13	4,99
2	25,66	14	2,08
3	20,88	15	1,20
4	17,89	16	0,959
5	15,77	17	0,931
6	13,64	18	0,922
7	12,56	19	0,914
8	10,91	20	0,904
9	10,17	21	0,899
10	9,20	22	0,8964
11	7,58	23	0,8963
12	5,89	24	0,8963

Fuente: Elaboración propia. 2016.

Figura N° 3-2: Curva de secado de la pectina (40° C)

Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.12 Molienda de la pectina

Se emplea un mortero y su mano para triturar la pectina seca, operación que dura un tiempo de 10 minutos, suficiente para reducir el tamaño las partículas de pectina.

Fotografía N° 3-22: Molienda de la pectina



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.13 Tamizado

El polvo fino de pectina obtenido en la molienda se coloca en un tamizador con bandejas de diferente abertura de malla. La pectina como producto final es la que pasa a través de la malla N° 60 (ASTM), con esta operación se obtiene una muestra con tamaño de partícula homogéneo.

Fotografía N° 3-23: Tamizado de la pectina



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.6.14 Envasado

La pectina molida y tamizada se pesa en una balanza analítica, se la envasa en bolsas de polietileno de alta densidad (aptas para envasar insumos alimenticios) y se almacena en un lugar seco y fresco, para luego realizar la caracterización físico-química del producto.

Fotografía N° 3-24: Envasado de la pectina



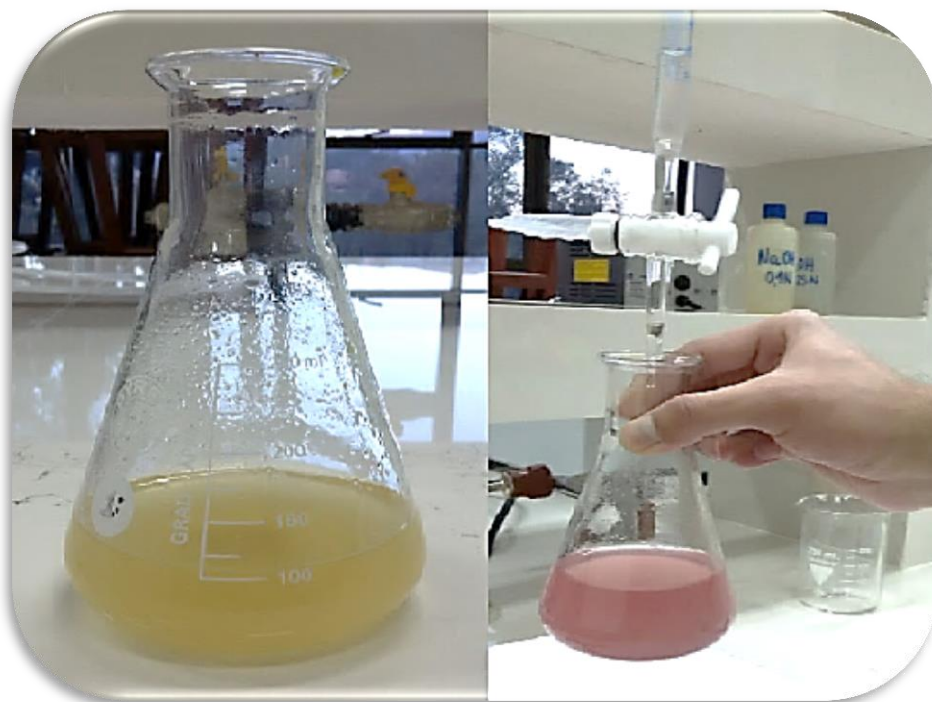
Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.7 CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LA PECTINA OBTENIDA A PARTIR DE CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa paradisiaca*)

3.7.1 Determinación de peso equivalente y acidez libre

Para realizar esta etapa se pesan 500 mg de pectina y se los coloca en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, se los humedece con 5 ml de etanol al 96%; se agrega 100 ml de agua destilada y 6 gotas de indicador rojo de fenol. Se agita y se titula con NaOH 0,1 N hasta viraje de color amarillo a rosa.

Fotografía N° 3-25: Determinación del peso equivalente y acidez libre



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.7.2 Determinación de porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de ácido galacturónico anhidro

Se utiliza la solución para la determinación de peso equivalente y acidez libre, se le agrega 25 ml de hidróxido de sodio 0,25 N y se deja reposar por 30 minutos a temperatura ambiente. Luego se le agrega 25 ml de ácido clorhídrico 0,25 N.

Se agita y se titula con hidróxido de sodio 0,1 N, tomando como punto final de la titulación el color rojizo de la solución por 20 segundos.

Fotografía N° 3-26: Determinación de porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de ácido galacturónico anhidro



Fuente: Elaboración propia. 2016.

3.7.3 Grado de gelificación

Para este punto del trabajo de investigación se preparan cuatro soluciones de pectina en vasos de precipitación de 250 ml, se rotulan con 0,4; 0,7; 1,0; 1,4 g de pectina. Se adicionan 50 ml de agua destilada a cada vaso y se calientan hasta ebullición para conseguir la disolución completa de la pectina, seguidamente se agregan 100 g de sacarosa a cada vaso, se calientan y agitan hasta homogeneizarlos completamente. Por último, se agrega agua destilada hasta alcanzar un peso de 150 g en cada vaso.

Una vez formados los geles se dejan reposar durante 24 horas, seguidamente se evalúan las características de cada gel midiendo su viscosidad a 60° C con un viscosímetro rotacional.

CAPÍTULO IV
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

Los parámetros fisicoquímicos de la cáscara de plátano son determinados por el Centro de Análisis Investigación y Desarrollo (CEANID) de la U.A.J.M.S., en la tabla N° IV-1 se muestran los resultados: (Ver Anexo 1)

Tabla N° IV-1: Análisis físico-químico de la cáscara de plátano

Parámetro	Unidad	Resultado
Acidez (como ác. cítrico)	%	0,2
pH	-	4,4
Cenizas	%	1,23
Humedad	%	88,97
Sólidos solubles	°Brix	7,1
%: Porcentaje (p/p)		

Fuente: C.E.A.N.I.D. 2016.

4.2 ENSAYOS PRELIMINARES DE EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa paradisiaca*)

De acuerdo al diseño factorial, se realizan 24 ensayos de extracción de pectina con los parámetros propuestos, correspondiente a tres réplicas.

Se extrae la pectina de la cáscara de plátano a temperaturas de 70 y 80° C, a tiempos de 50 y 70 minutos y a pH de 1,5 y 2,5. A las muestras extraídas se les calcula porcentaje de rendimiento y grado de gelificación, con los resultados se determinan los parámetros óptimos para el proceso.

4.2.1 Rendimiento

Las extracciones de pectina se realizan a partir de 50 gramos de cáscara de plátano previamente tratada. Los resultados del rendimiento se muestran en la tabla N° IV-2:

Tabla N° IV-2: Resultados de rendimiento en las muestras de pectina

N°	Parámetros de extracción			Porcentaje de Rendimiento (% p/p)			Promedio
	pH	Tiempo (min)	Temp. (° C)	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3	
1	1,5	50	70	0,98	0,84	0,78	0,87
2	2,5	50	70	0,42	0,26	0,38	0,35
3	1,5	70	70	0,64	0,58	0,54	0,59
4	2,5	70	70	0,58	0,52	0,44	0,51
5	1,5	50	80	0,54	0,38	0,46	0,46
6	2,5	50	80	0,26	0,34	0,34	0,31
7	1,5	70	80	0,66	0,78	0,72	0,72
8	2,5	70	80	0,52	0,44	0,62	0,53

Fuente: Elaboración propia. 2016.

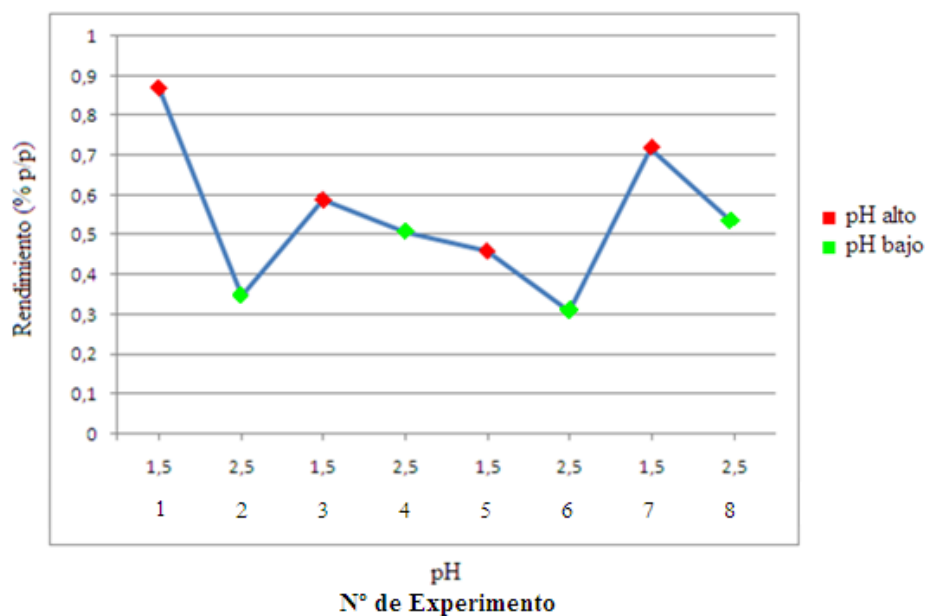
De acuerdo a los resultados obtenidos, la pectina extraída aplicando los parámetros del experimento 1: pH de 1,5; tiempo de 50 minutos y temperatura de 70° C presenta mayor rendimiento: 0,87% p/p en comparación al resto de los experimentos.

La pectina obtenida aplicando los parámetros del experimento 7 logra un rendimiento de 0,72 % p/p, que es el segundo más alto, sin embargo, se necesita un mayor tiempo de hidrólisis y mayor temperatura, lo que implica un mayor gasto energético.

El experimento que reporta el menor rendimiento es el 6, el cual tiene 0,31 % p/p.

Por otra parte, se demostró que a pH de 1,5 el rendimiento en la extracción es mayor, a pH de 2,5 el rendimiento disminuye para cada uno de los ocho experimentos, tal como se puede apreciar en la siguiente figura:

Figura N° 4-1: Diagrama “rendimiento vs. pH”



Fuente: Elaboración propia. 2016.

4.2.2 Grado de Gelificación

Se calcula el grado de gelificación para todas las muestras de pectina, obteniéndose los siguientes resultados:

Tabla N° IV-3: Resultados de grado de gelificación de las muestras de pectina

N°	Parámetros de extracción			Grado de Gelificación (°SAG)			Promedio
	pH	Tiempo (min)	Temp. (° C)	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3	
1	1,5	50	70	250	250	250	250
2	2,5	50	70	125	133	123	127
3	1,5	70	70	129	132	125	128,7
4	2,5	70	70	250	250	247	249
5	1,5	50	80	140	130	124	131,3
6	2,5	50	80	270	251	250	257
7	1,5	70	80	129	132	125	128,7
8	2,5	70	80	126	133	129	129,3

Fuente: Elaboración propia. 2016.

La pectina extraída a pH de 2,5; 50 minutos y 80° C es la que presenta el mayor grado de gelificación: 257° SAG.

4.3 RESULTADOS DEL DISEÑO FACTORIAL

Con los datos obtenidos para cada ensayo dado por el diseño de experimentos, se realiza el análisis de varianza, obteniéndose la ecuación que modela al rendimiento y grado de gelificación en función de las variables de proceso estudiadas.

4.3.1 Influencia del pH, tiempo de hidrólisis y temperatura en el rendimiento de la pectina

Se realiza el análisis de varianza (ANOVA) para los resultados experimentales mostrados en la tabla N° IV-2, para ello se toma en cuenta todos los efectos que se muestran en la tabla N° IV-5. La nomenclatura utilizada se describe en la tabla N° IV-4:

Tabla N° IV-4: Nomenclatura utilizada en el análisis estadístico

Variables	Descripción	Tipo de Efecto
A	pH	Principal
B	Tiempo de Hidrólisis	Principal
C	Temperatura	Principal
AB	pH x Tiempo	Combinado
AC	pH x Temperatura	Combinado
BC	Tiempo x Temperatura	Combinado
ABC	pH x Tiempo x Temperatura	Combinado

Fuente: Elaboración propia. 2016.

Tabla N° IV-5: Análisis de la varianza para rendimiento de la pectina para un nivel de significancia del 5%

VARIABLES	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media Cuadrada	Valor F	Valor P
A	1	0,32202	0,322017	56,99	0,000
B	1	0,04682	0,046817	8,29	0,011
C	1	0,03375	0,033750	5,97	0,026
AB	1	0,05802	0,058017	10,27	0,006
AC	1	0,02282	0,022817	4,04	0,062
BC	1	0,13202	0,132017	23,37	0,000
ABC	1	0,08882	0,088817	15,72	0,001
Error	16	0,09040	0,005650		
Total	23	0,79467			

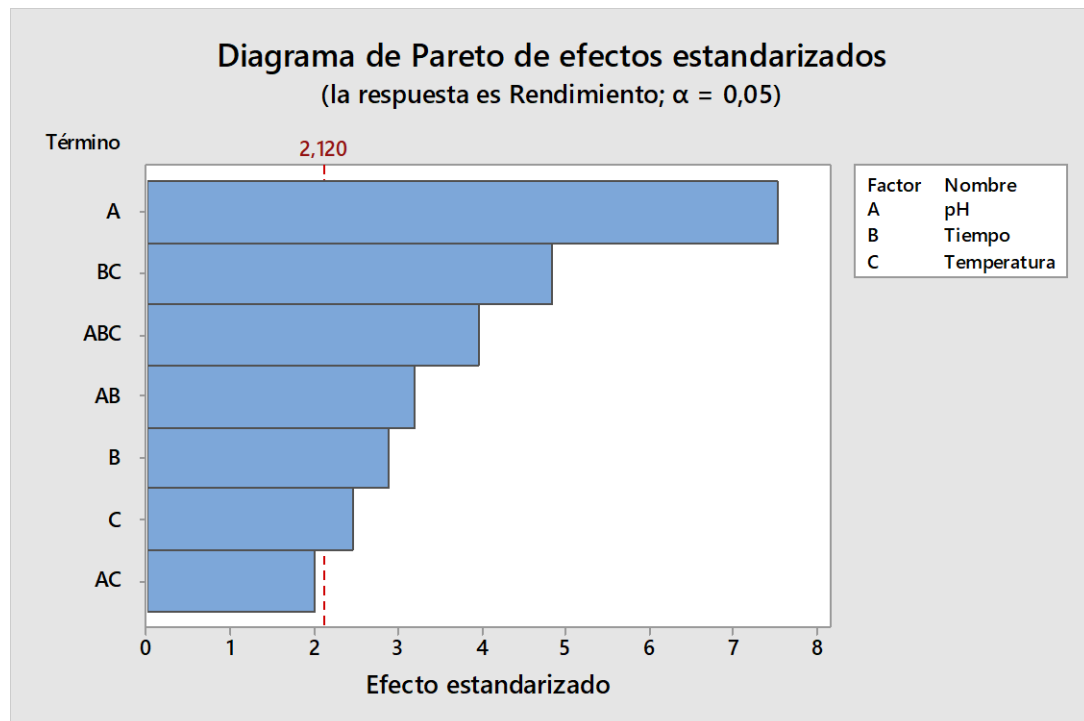
Fuente: Minitab 17. 2016

R-cuadrado = 88,62%

El análisis de la varianza reparte la variabilidad de la respuesta Rendimiento en segmentos separados para cada uno de los efectos, luego prueba la significancia estadística de cada efecto por comparación de la media cuadrada contra una estimación del error experimental. Los efectos principales de pH (A), Tiempo de hidrólisis (B), Temperatura (C) y los efectos combinados pH x Tiempo (AB), Tiempo x Temperatura (BC) y pH x Tiempo x Temperatura (ABC) son altamente significativos para esta variable respuesta, puesto que tienen valores de P menores a 0.05, el efecto combinado pH x Temperatura (AC) es significativo, más no representativo para el análisis.

El gráfico de Pareto muestra cada uno de los efectos estimados en orden decreciente, la longitud de cada barra es proporcional al efecto estandarizado, que es equivalente al efecto estimado dividido por su error estándar. La línea de referencia vertical se utiliza para definir los efectos significativos. Las barras que se prolongan más allá de la línea de referencia corresponden a efectos que son altamente significativos al nivel de confianza de 95 %. En la figura N° 4-2 se observa que son seis los efectos significativos (A, B, C, AB, BC y ABC).

Figura N° 4-2: Gráfico de Pareto para rendimiento de la pectina



Fuente: Minitab 17. 2016.

El modelo matemático que resulta del ajuste de todos los datos contiene tres efectos principales, dos interacciones de dos factores y una interacción de tres factores altamente significativos, y una interacción de dos factores significativa pero no representativa.

La ecuación del modelo es:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento: } & 32,91 - 12,70 \text{ pH} - 0,4915 \text{ Tiempo} - 0,4132 \text{ Temperatura} + 0,1923 \\ & \text{pH} \times \text{Tiempo} + 0,1583 \text{ pH} \times \text{Temperatura} + 0,00635 \text{ Tiempo} \times \text{Temperatura} - \\ & 0,002433 \text{ pH} \times \text{Tiempo} \times \text{Temperatura} \end{aligned}$$

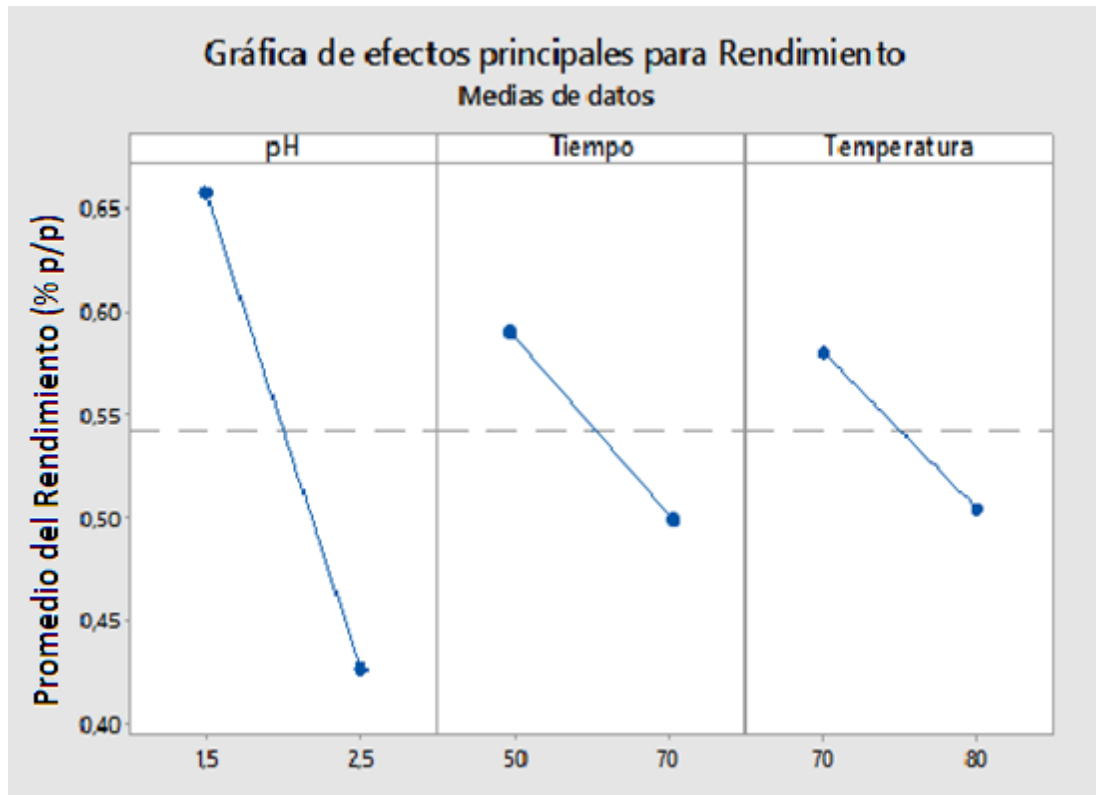
Donde el rendimiento está en (% p/p), la temperatura en (°C) y el tiempo en minutos.

Cuando se grafican los “efectos principales vs promedio del rendimiento” se observa con facilidad cómo varía la respuesta de acuerdo al cambio de nivel de los factores.

Según la figura N° 4-3 se obtiene mayor rendimiento a niveles de pH, temperatura y tiempo bajos.

El factor que más afecta al rendimiento es el pH, el siguiente es el tiempo y por último la temperatura.

Figura N° 4-3: Efectos principales vs promedio del rendimiento de pectina



Fuente: Minitab 17. 2016.

4.3.2 Influencia del pH, tiempo de hidrólisis y temperatura en el grado de gelificación de la pectina

El análisis de la varianza para el Grado de Gelificación se muestra en la siguiente tabla:

Tabla N° IV-6: Análisis de la varianza para grado de gelificación de la pectina para un nivel de significancia del 5%

Variables	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Media Cuadrada	Valor F	Valor P
A	1	5735,0	5735,0	176,24	0,000
B	1	6305,0	6305,0	193,75	0,000
C	1	4401,0	4401,0	135,24	0,000
AB	1	5251,0	5251,0	161,36	0,000
AC	1	6240,4	6240,4	191,77	0,000
BC	1	6435,4	6435,4	197,76	0,000
ABC	1	50876,0	50876,0	1563,41	0,000
Error	16	520,7	32,5		
Total	23	85764,6			

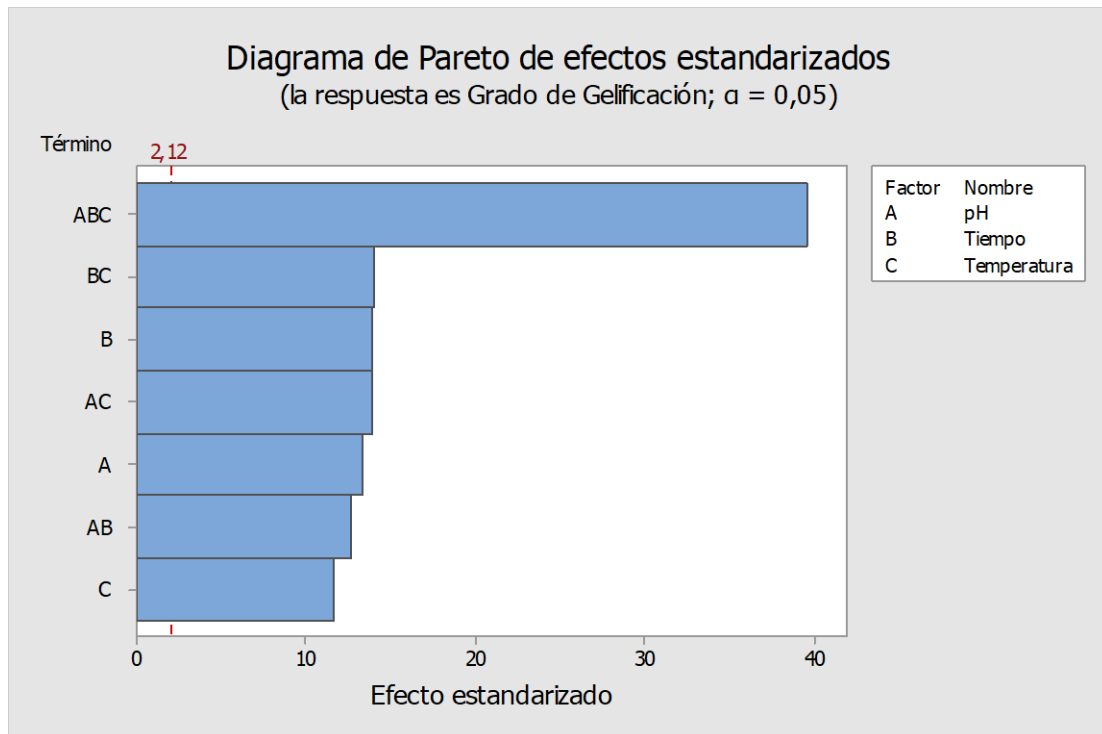
Fuente: Minitab 17. 2016.

R-cuadrado = 99,39%

Se observa que los factores principales (A, B, C) son altamente significativos, al igual que las interacciones de dos factores (AB, AC, BC) y la interacción de tres factores (ABC), puesto que tienen valores de P menores a 0,05.

El gráfico de Pareto muestra la importancia de los efectos sobre la variable respuesta Grado de Gelificación en orden decreciente.

Figura N° 4-4: Gráfico de Pareto para grado de gelificación de la pectina



Fuente: Minitab 17. 2016.

El efecto combinado pH x Tiempo x Temperatura (ABC) es el que tiene más importancia sobre la variable respuesta Grado de Gelificación, el segundo en importancia es el efecto combinado Tiempo x Temperatura (BC).

El efecto principal más importante es el Tiempo (B), seguido del pH (A) y por último Temperatura (C).

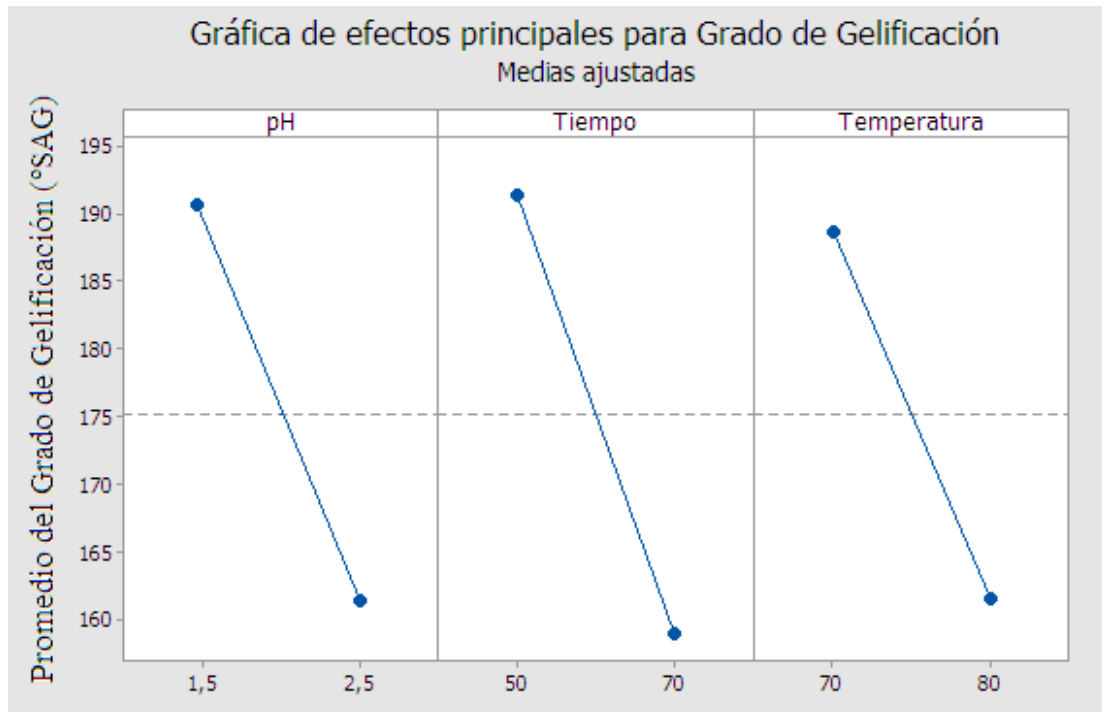
El modelo matemático determinado por Minitab 17 es el siguiente:

$$\begin{aligned} \text{Grado de Gelificación: } & 16837 - 8918 \text{ pH} - 259,22 \text{ Tiempo} - 216,96 \text{ Temperatura} \\ & + 141,08 \text{ pH} \times \text{Tiempo} + 116,95 \text{ pH} \times \text{Temperatura} + 3,3558 \text{ Tiempo} \times \\ & \text{Temperatura} - 1,8417 \text{ pH} \times \text{Tiempo} \times \text{Temperatura} \end{aligned}$$

Donde el Grado de Gelificación está en (°SAG), el tiempo en minutos y la temperatura en (°C).

En el diagrama “efectos principales vs promedio del grado de gelificación” de la pectina se observa como varía el grado de gelificación cuando se cambian los niveles de pH, tiempo y temperatura del valor bajo al alto.

Figura N° 4-5: Efectos principales vs promedio del grado de gelificación de pectina



Fuente: Minitab 17. 2016.

El diagrama nos muestra que se obtienen mayores grados de gelificación cuando el nivel de los factores pH, tiempo y temperatura es bajo.

4.4 RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LA PECTINA OBTENIDA A PARTIR DE CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa paradisiaca*)

Concluyendo con el análisis factorial de extracción de pectina, se obtiene el mejor resultado para el rendimiento aplicando los parámetros del experimento 1: pH de 1,5; tiempo de 50 minutos y temperatura de 70° C, el cual presenta el mayor valor: 0,87 % p/p.

El mayor grado de gelificación se obtiene aplicando los parámetros del experimento 6: pH de 2,5; tiempo de 50 minutos y temperatura de 80° C, que es de 257° SAG.

A pesar de que el mayor grado de gelificación se obtiene en el experimento 6, el rendimiento para el mismo experimento es el más bajo: 0,31% p/p, por lo tanto, se elige el experimento 1 como óptimo para este estudio, en el cual se obtiene el mayor rendimiento y el segundo mayor grado de gelificación (250° SAG).

La pectina final obtenida a los parámetros óptimos se emplea para la caracterización físico-química.

Se realizan ensayos por duplicado para la determinación de cada parámetro fisicoquímico, se gastan 4,88 miliequivalentes de NaOH 0,1 N (48,8 ml) en la determinación del peso equivalente y 7,06 miliequivalentes de NaOH 0,1 N (70,6 ml) en la determinación de porcentaje de metoxilo en el primer ensayo, en el segundo ensayo se gastan 4,60 miliequivalentes de NaOH 0,1 N (46 ml) en la determinación del peso equivalente y 6,72 (67,2 ml) en la determinación del porcentaje de metoxilo.

4.4.1 Acidez libre y peso equivalente

En la tabla N° IV-7 se muestran los resultados por duplicado del análisis de acidez libre y peso equivalente de la pectina extraída de la cáscara de plátano, los cuales son determinados mediante titulación ácido – base.

Tabla N° IV-7: Análisis de acidez libre y peso equivalente

pH	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Acidez Libre (meq carboxilos libres/ g pectina)	Peso equivalente (mg pectina/ meq NaOH)
1,5	50	70	9,76	102,46
			9,20	108,69
Promedio			9,48	105,57
Desviación estándar			0,28	3,115

Fuente: Elaboración propia. 2016.

La pectina presenta un valor promedio de 9,48 meq/g de acidez libre, cuyo valor representa los carboxilos libres en la cadena lineal de pectina. Este valor es mayor al

reportado por Suarez D. y Orozco D. (Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia. 2014) que obtuvieron valores de entre 0,43 - 0,45 meq/g, quienes usaron cascarilla de cacao (*Theobroma cacao L.*) como materia prima. Otro estudio realizado por Cabarcas et al. (Universidad de Cartagena, Colombia. 2014) obtuvo valores de acidez libre entre 1,48 - 1,96 meq/g para pectina extraída de plátano verde dominico-hartón (*Musa AAB Simmonds*).

El valor promedio del peso equivalente es de 105,57 mg/meq, valor menor al reportado por Cabarcas et al., quien obtuvo valores de peso equivalente entre 450,45 – 649,35 mg/meq, usando una solución extractora diferente (ácido clorhídrico).

4.4.2 Porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de ácido galacturónico anhidro

En la tabla N° IV-8 se muestran los resultados del análisis de porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de ácido galacturónico anhidro.

Tabla N° IV-8: Análisis de porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de ácido galacturónico anhidro

pH	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Porcentaje de Metoxilo (%)	Grado de Esterificación (%)	Porcentaje de Ácido Galacturónico Anhidro (%AUA)
1,5	50	70	43,77	59,13	52,07
			41,66	59,36	52,28
Promedio			42,71	59,24	52,17
Desviación estándar			1,055	0,115	0,105

Fuente: Elaboración propia. 2016.

El porcentaje de metoxilo obtenido es de 42,715 %, lo que indica que la pectina extraída es de bajo contenido de metoxilo. Este dato sugiere que la mayoría de las unidades de grupos carboxilo están libres de metoxilación.

El grado de esterificación es de 59,245 %, este valor es menor al reportado por Cabarcas et al., quien obtuvo grados de esterificación de entre 76,54 – 95,26 %, lo

que indica que la pectina obtenida en el presente estudio tiene un mayor número de unidades de ácido galacturónico anhídrido libres de esterificación.

El contenido de ácido anhídrido galacturónico determina la pureza de la pectina extraída, este es el parámetro más importante para determinar la calidad de la pectina, el valor obtenido es de 52,175 %, indica que se tiene una pectina de pureza media, el resto corresponde al contenido de cenizas y otros azúcares unidos a la cadena lineal del polímero.

4.4.3 Grado de gelificación

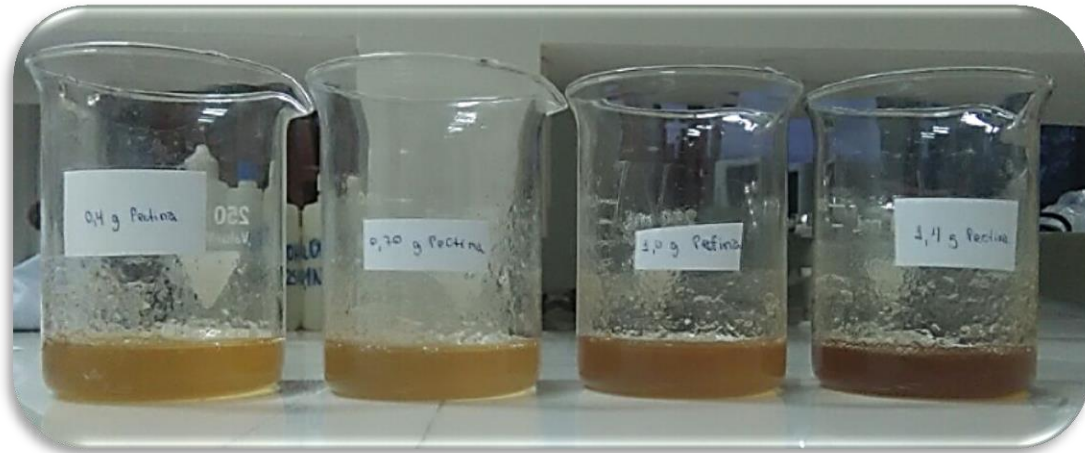
Tabla N° IV-9: Resultados de grado de gelificación de la pectina de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*)

Ensayo	Gramos de Pectina	Viscosidad a 60° C (cP)	Grado de Gelificación (°SAG)
1	0,4	89,8	250
2	0,7	61,7	142,86
3	1,0	51,8	100
4	1,4	33,1	71,43

Fuente: Elaboración propia. 2016.

De la experimentación hecha, el mejor grado de gelificación se obtiene en el primer ensayo (250 °SAG), donde se utiliza 0,4 gramos de pectina. Observamos que mientras mayor es la cantidad de pectina empleada para formar geles, menor es el grado de gelificación.

Fotografía N° 4-1: Ensayos de gelificación



Fuente: Elaboración propia. 2016.

Se mide la viscosidad de los diferentes geles de pectina a 60 °C, se observa que el gel formado en el primer ensayo es el que presenta mayor viscosidad (89,8 cP), lo que confirma que es el gel más consistente. La viscosidad de los geles disminuye cuando se forman con mayor cantidad de pectina.

Fotografía N° 4-2: Medición de la viscosidad de los geles de pectina



Fuente: Elaboración propia. 2016.

En la siguiente tabla se muestran los parámetros fisicoquímicos de la pectina determinados en laboratorio:

Tabla N° IV-10: Análisis fisicoquímico de la pectina de cáscara de plátano

Parámetro	Unidad	Resultado
Acidez Libre	meq carboxilos libre/g de pectina	9,48
pH	-	2,87
Humedad*	%	6,75
Cenizas*	%	3,68
Peso Equivalente	mg pectina/meq NaOH	105,57
Porcentaje de Metoxilo	%	42,71
Grado de Esterificación	%	59,24
Porcentaje de Ácido Galacturónico Anhidro	% AUA	52,17
Grado de Gelificación	° SAG	250

Fuente: Elaboración propia. *CEANID. 2016.

4.5 COMPARACIÓN ENTRE LA PECTINA OBTENIDA A PARTIR DE CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa paradisiaca*) Y LA PECTINA COMERCIAL

Tabla N° IV-11: Tabla comparativa entre la pectina de cáscara de plátano y la pectina comercial

Parámetro	Pectina Comercial	Pectina de Plátano
Color	Amarillo ligero - Marrón pálido	Marrón pálido
Grado de Esterificación	62- 66%	59,24%
Grado de Gelificación (° SAG)	150 ± 5	250
pH	2,6 - 4,0	2,87
Humedad	12% Máx.	6,75%
Cenizas	5% Máx.	3,68%
Ácido Galacturónico Anhidro	65% Mín.	52,17%

Fuente: Elaboración propia. 2016.

La pectina obtenida a partir de cáscara de plátano presenta un color marrón pálido, el grado de esterificación es de 59,24 %, valor más bajo que el de la pectina comercial; esto, según bibliografía, aumentaría la cohesión entre las moléculas de pectina y mejoraría la firmeza del gel, hecho que se confirma en el grado de gelificación de la pectina obtenida en el presente estudio, que es de 250° SAG, mayor que el grado de gelificación de la pectina comercial. Por lo tanto, se necesita menor cantidad de pectina de cáscara de plátano para formar un gel con las mismas características que el que se formaría usando una cantidad estándar de pectina comercial de 150° SAG.

Los valores de pH, humedad y cenizas se encuentran entre los rangos establecidos para la pectina comercial.

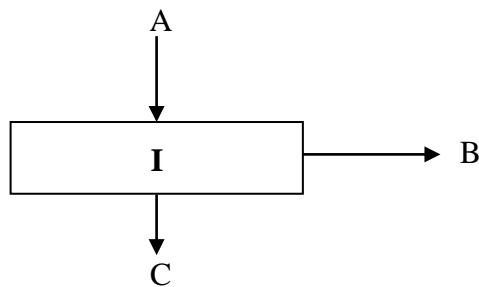
El contenido de ácido galacturónico de la pectina de cáscara de plátano es de 52,17 %, esto significa que de cada 100 moléculas de pectina, 52,17 son ácido galacturónico anhidro puro. Por lo tanto, la pureza de la pectina obtenida en el presente estudio es menor comparada con la pectina comercial.

4.6 BALANCE DE MATERIA PARA EL PROCESO DE OBTENCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa paradisiaca*)

Se realiza el balance de materia por bloques de acuerdo a la figura N° 3-11, se toma como base de cálculo 1000 gramos de cáscara de plátano para la extracción de pectina.

Pelado

El balance global para el bloque I se realiza en base a datos obtenidos experimentalmente, así se tiene que de 100 gramos de plátano, 31,03 gramos corresponden a la cáscara, por lo tanto, se necesitan 3222,22 gramos de plátano para obtener 1000 gramos de cáscara.



Donde:

A = Cantidad de plátano = 3222,22 g

B = Pulpa de plátano (g)

C = Cáscara de plátano = 1000 g

Balance para el bloque I:

$$A = B + C \quad [4.1]$$

De la ecuación [4.1]:

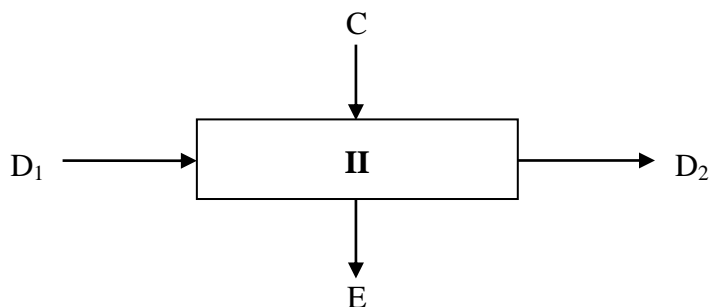
$B = 2222,22$

Lavado

Para el lavado se utiliza una razón de 1000 mililitros de agua por cada 300 gramos de cáscara de plátano, entonces para 1000 gramos de cáscara se necesita 3333,33 mililitros de agua.

Se considera la densidad del agua igual a 1g/ml, por lo que se usan 3333,33 gr de agua para el lavado.

La cantidad de agua residual se considera igual a la cantidad de agua utilizada para el lavado.



Donde:

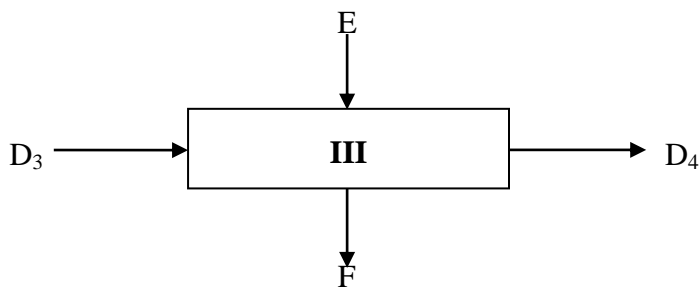
D_1 = Cantidad de agua para lavado = 3333,33 g

D_2 = Cantidad de agua residual = 3333,33 g

E = Cantidad de cáscara lavada = 1000 g

Inactivación enzimática

Para esta etapa se utiliza la misma cantidad de agua que en el lavado, 3333,33 gramos de agua.



Donde:

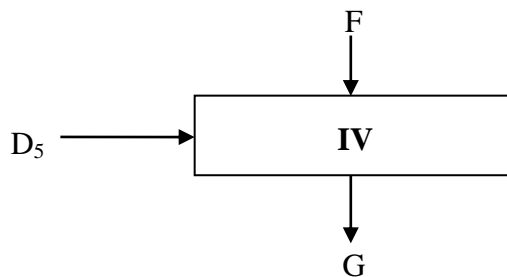
D_3 = Cantidad de agua para la inactivación enzimática = 3333,33 g

D_4 = Cantidad de agua residual de la inactivación = 3333,33 g

F = Cantidad de cáscara tratada = 1000 g

Triturado de cáscara de plátano

La cáscara sometida a la inactivación enzimática se tritura en una relación de 1000 gramos de agua por cada 300 gramos de cáscara, por lo tanto, se necesitan 3333,33 gramos de agua.



Donde:

D_5 = Cantidad de agua para triturado = 3333,33 g

G = Cantidad de cáscara triturada diluida en agua (g)

Balance para el bloque IV:

$$F + D_5 = G \quad [4.2]$$

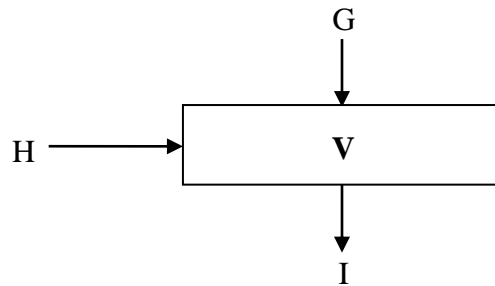
De la ecuación [4.2]:

$$G = 4333,33 \text{ g}$$

Hidrólisis ácida

En esta etapa se agrega ácido cítrico a la cáscara triturada diluida en agua para ajustar el pH, la cáscara triturada presenta un pH de 4,4; por tanto se necesitan 0,69 gramos de ácido cítrico para bajar el pH hasta un valor de 1,5 por cada 50 gramos de cáscara triturada diluida en agua.

Para los 4333,33 gramos de cáscara triturada diluida en agua se utilizan 13,8 gramos de ácido cítrico.



Donde:

H = Cantidad de ácido cítrico = 13,8 g

I = Bagazo + solución de pectina diluida (g)

Balance para el bloque V:

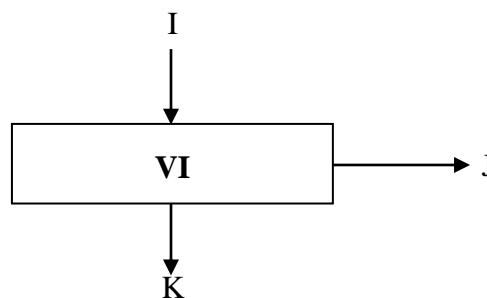
$$G + H = I \quad [4.3]$$

De la ecuación [4.3]

$$I = 4347,13 \text{ g}$$

Filtración

Se separa el bagazo de plátano de la solución de pectina diluida, la cantidad de bagazo resultante de la filtración es de 175,94 gramos.



Donde:

J = Cantidad de bagazo de plátano purgado = 175,94 g

K = Solución de pectina diluida (g)

Balance para el bloque VI:

$$I = J + K \quad [4.4]$$

De la ecuación [4.4]:

$$K = 4171,19 \text{ g}$$

Precipitación

La pectina diluida se precipita utilizando etanol al 96%.

Se necesita un 60% de etanol en relación al volumen de la solución de pectina diluida.

Cálculo del volumen de solución de pectina diluida:

$$\rho_K = 0,9865 \text{ g/ml}$$

$$K = 4171,19 \text{ g}$$

$$\rho_K = K/V_K \quad [4.5]$$

Donde:

ρ_K = Densidad de la solución de pectina diluida

V_K = Volumen de la solución de pectina diluida

De la ecuación [4.5]:

$$V_K = 4228,27 \text{ ml}$$

Cálculo del volumen de etanol:

$$V_{\text{Etanol}} = V_K \times 0,6 \quad [4.6]$$

De la ecuación [4.6]:

$$V_{\text{Etanol}} = 2536,96 \text{ ml}$$

Para precipitar la pectina contenida en la solución de pectina diluida se necesitan 2536,96 mililitros de etanol al 96%.

Se transforma el volumen de etanol utilizado a masa, tomando como densidad del etanol 0,806 g/ml a 18° C, dato consultado en bibliografía.

Cálculo de la masa de etanol:

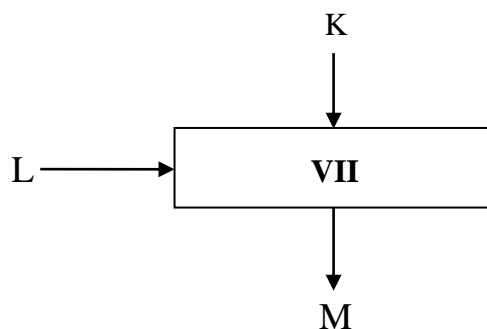
$$\rho_{\text{Etanol}} = 0,806 \text{ g/ml}$$

$$V_{\text{Etanol}} = 2536,96 \text{ ml}$$

$$\rho_{\text{Etanol}} = m_{\text{Etanol}}/V_{\text{Etanol}} \text{ [4.7]}$$

De la ecuación [4.7]

$$m_{\text{Etanol}} = L = 2044,79 \text{ g}$$



Donde:

L = Cantidad de etanol para precipitación = 2044,79 g

M = Pectina húmeda + solución ácida residual (g)

Balance para el bloque VII:

$$K + L = M \quad \text{[4.8]}$$

De la ecuación [4.8]:

$$M = 6215,98 \text{ g}$$

Centrifugación

En esta etapa se separa la pectina húmeda de la solución ácida residual.

El volumen separado de la solución ácida es de 6090,74 mililitros, para transformar a masa se determinó la densidad de dicha solución en laboratorio.

Se miden 10 mililitros de solución y se pesan.

Cálculo de la densidad de la solución ácida residual:

$$\rho_{\text{solución ácida}} = m_{\text{solución ácida}} / V_{\text{solución ácida}} \quad [4.9]$$

$$m_{\text{solución ácida}} = 9,54 \text{ g}$$

$$V_{\text{solución ácida}} = 10 \text{ ml}$$

De la ecuación [4.9]:

$$\rho_{\text{solución ácida}} = \rho_N = 0,954 \text{ g/ml}$$

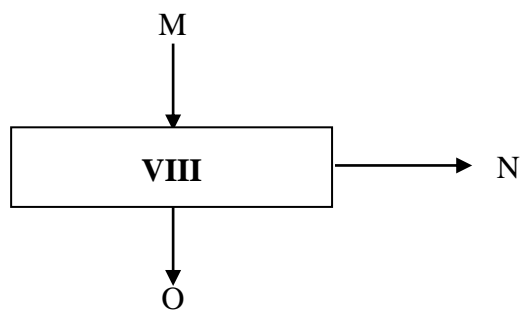
Cálculo de la masa de la corriente de solución ácida residual “N”:

$$N = V_N \times \rho_N \quad [4.10]$$

$$V_N = 6090,74 \text{ ml}$$

De la ecuación [4.10]:

$$N = 5810,57 \text{ g}$$



Donde:

$$N = \text{Solución ácida residual} = 5810,57 \text{ g}$$

$$O = \text{Pectina húmeda (g)}$$

Balance para el bloque VIII:

$$M = N + O \quad [4.11]$$

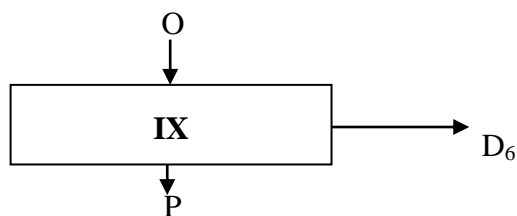
De la ecuación [4.11]:

$$O = 405,41 \text{ g}$$

La corriente de solución ácida residual “N” presenta una graduación alcohólica de 22° GL (grados Gay Lussac), por lo que es posible recuperar 1339,96 ml de etanol de la corriente “N” para reutilizarlo.

Secado

En esta etapa se elimina el agua hasta obtener un peso constante de pectina seca.



Donde:

D_6 = Cantidad de agua evaporada (g)

P = Pectina seca = 13,13 g

Balance para el bloque IX:

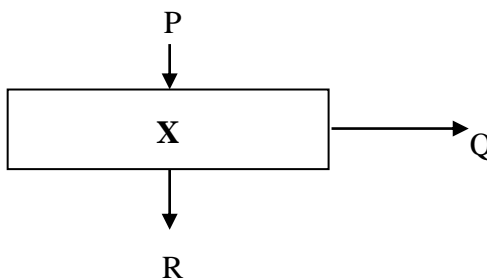
$$O = D_6 + P \quad [4.12]$$

De la ecuación [4.12]:

$$D_6 = 392,28 \text{ g}$$

Molienda

En la molienda se registra una pérdida de 0,37 gramos de pectina.



Donde:

Q = Cantidad de pectina perdida en molienda = 0,37 g

R = Pectina molida (g)

Balance para el bloque X:

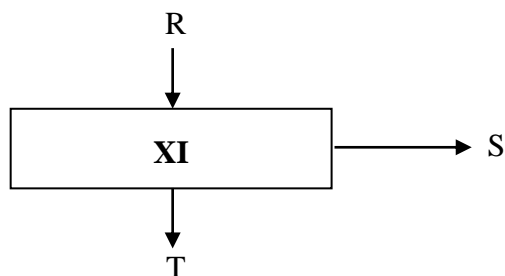
$$P = Q + R \quad [4.13]$$

De la ecuación [4.13]:

$$R = 12,76 \text{ g}$$

Tamizado y envasado

En el tamizado se registra una pérdida de pectina de 1,26 gramos.



Donde:

S = Cantidad de pectina perdida en tamizado = 1,26 g

T = Pectina tamizada (g)

Balance para el bloque XI:

$$R = S + T \quad [4.14]$$

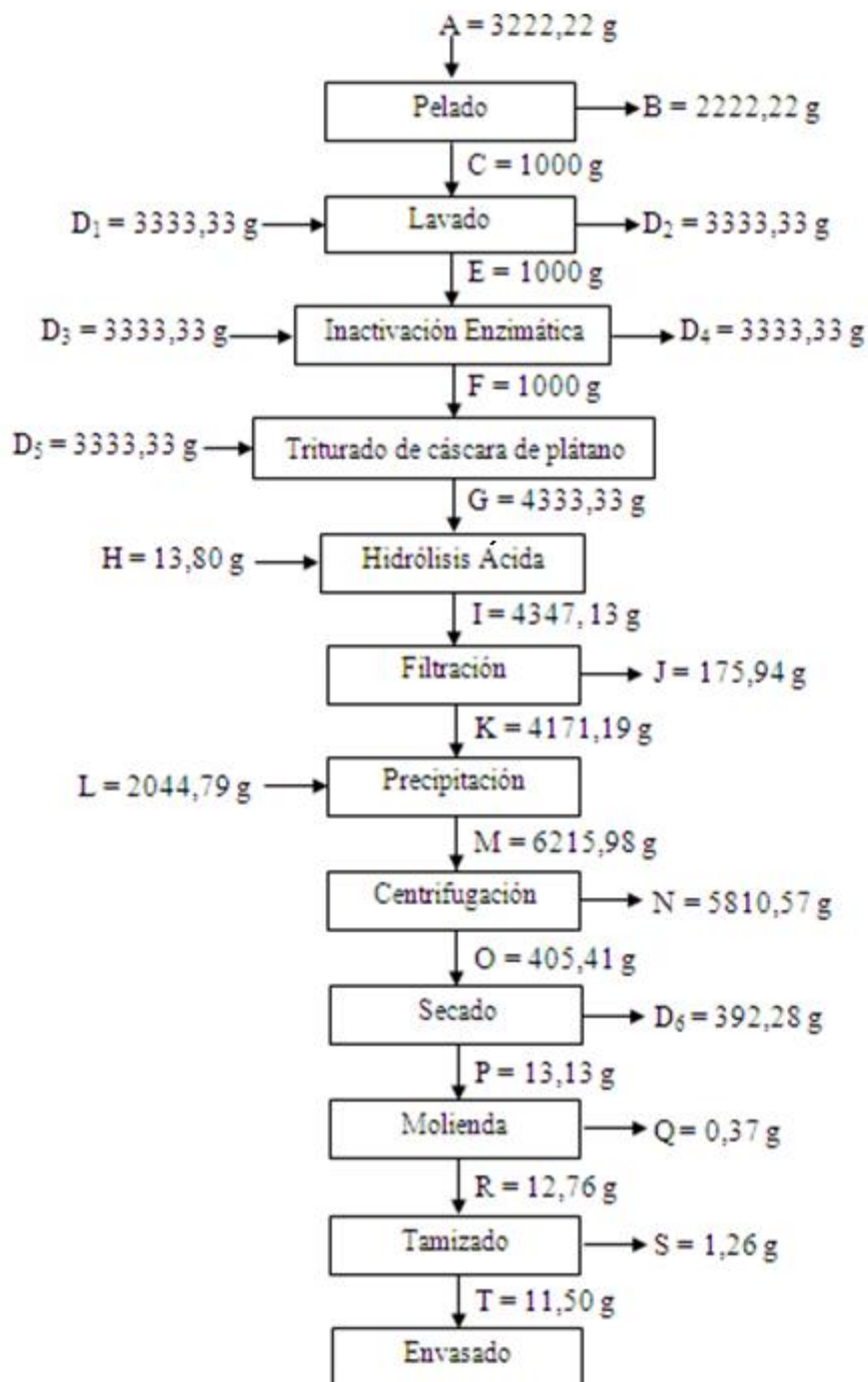
De la ecuación [4.14]:

$$T = 11,50 \text{ g}$$

El producto final es de 11,50 gramos de pectina, se envasó en una bolsa de polietileno de alta densidad apta para insumos alimenticios.

4.6.1 Resumen del balance de materia

Figura N° 4-6: Resumen del balance de materia



Fuente: Elaboración propia. 2016.

4.6.2 Cálculo del rendimiento definitivo

Se calcula el rendimiento del proceso de obtención de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) en base a la cantidad de cáscara utilizada para la extracción y la cantidad de pectina obtenida como producto final.

$$\text{Rendimiento (\%)} = (m_{\text{pectina}} / m_{\text{cáscara}}) \times 100 \quad [4.15]$$

Donde:

$$m_{\text{pectina}} = 11,50 \text{ g}$$

$$m_{\text{cáscara}} = 1000 \text{ g}$$

De la ecuación [4.15]:

Rendimiento (%) = 1,15 %

4.7 DETERMINACIÓN DEL COSTO DE PRODUCCIÓN DE PECTINA A ESCALA LABORATORIO

Para determinar los costos de producción se toman en cuenta los datos empleados en el balance de materia y los gastos energéticos de los equipos utilizados durante el proceso de obtención de pectina.

4.7.1 Costos de materia prima y reactivos

En la tabla N° IV-12 se detallan la cantidad de materia prima y reactivos utilizados en el proceso y sus costos respectivos:

Tabla N° IV-12: Costos de materia prima y reactivos

Materia prima e insumos	Cantidad	Unidad	Costo Global (Bs.)
Plátano	3,22	Kg	10,11
Ácido cítrico (sólido)	0,0138	Kg	0,25
Etanol (96%)	2,04	L	35,7
Total			46,06

Fuente: Elaboración propia. 2016.

4.7.2 Costos de energía eléctrica

Para estimar los costos de energía eléctrica se toma como dato referencial 0,60 Bs el costo del Kwh, que es la tarifa de electricidad en Bolivia.

En la tabla siguiente se detalla la energía eléctrica consumida por los equipos durante el proceso.

Tabla N° IV-13: Costos de energía eléctrica

Equipos	Potencia (Kw)	Tiempo (h)	Energía (Kwh)	Costo Global (Bs.)
Calentador eléctrico	3,30	0,250	0,8250	0,4950
Licuada	0,60	0,017	0,0102	0,0061
Calentador - agitador magnético	0,40	1,170	0,4680	0,2808
Bomba de vacío	0,19	0,250	0,0475	0,0285
Centrifugadora	1,20	6,340	7,6080	4,5648
Estufa	2,00	24,00	48,00	28,80
Tamizador	0,12	0,170	0,0204	0,0122
Total				34,19

Fuente: Elaboración propia. 2016.

El costo total de producción es la suma de los costos de materia prima y reactivos y los costos de energía eléctrica:

$$\text{Costo total} = (46,06 + 34,19) \text{ Bs.}$$

$$\text{Costo total} = 80,25 \text{ Bs.}$$

La producción de 11,50 gramos de pectina de cáscara de plátano tiene un costo total de 80,25 Bs.

CAPÍTULO V
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

1. Se utiliza cáscara de plátano maduro en la obtención de pectina, procedente del trópico boliviano. Los resultados de los parámetros físico-químicos determinados por el C.E.A.N.I.D. de la U.A.J.M.S. son: acidez (como ácido cítrico): 0,20 %. pH de 4,4. Contenido de cenizas: 1,23 %. Humedad: 88,97 % y 7,1° Brix de sólidos solubles.
2. Las variables estudiadas en el proceso de obtención de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) son pH, tiempo de hidrólisis y temperatura. En los ensayos preliminares de extracción se determina que las condiciones óptimas de proceso son pH de 1,5, tiempo de hidrólisis de 50 minutos y temperatura de 70° C. A estas condiciones se obtiene pectina con un rendimiento promedio de 0,87 % p/p y grado de gelificación de 250° SAG.
3. Los parámetros físico-químicos de la pectina que se determinan experimentalmente en el Laboratorio de Química de la U.A.J.M.S. tienen los siguientes resultados: Acidez libre: 9,48 meq carboxilos libres/g pectina. Peso equivalente: 105,57 mg pectina/meq NaOH. pH: 2,77. Grado de esterificación: 59,24 %. Porcentaje de metoxilo: 42,71 %. Porcentaje de ácido galacturónico anhidro: 52,17 % AUA. Grado de gelificación: 250° SAG. En el C.E.A.N.I.D. de la U.A.J.M.S. se determina humedad y contenido de cenizas. Los resultados son los siguientes: Humedad: 6,75 %. Contenido de cenizas: 3,68 %.
4. El costo de la obtención experimental (a escala laboratorio) de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) es de 80,25 Bs. por 11,50 gramos.
5. La pectina obtenida a las condiciones óptimas de pH, tiempo de hidrólisis y temperatura tiene un rendimiento definitivo de 1,15 % p/p, este valor es superior al reportado para pulpa de remolacha (1 % p/p) y menor al reportado para cáscara de limón y manzana (3 % p/p), que son las fuentes más importantes para la obtención de pectina desde el punto de vista industrial.

5.2 RECOMENDACIONES

1. Hacer ensayos utilizando cáscaras de plátano con diferentes estados de madurez, con el fin de determinar cuál es el estado que tiene mayor contenido de pectina.
2. Estudiar el proceso de obtención de pectina a las condiciones óptimas determinadas en el presente estudio variando la solución ácida (ácido fosfórico, ácido ascórbico, etc.) en el proceso de extracción y comparar el rendimiento y las características fisicoquímicas de los diferentes productos.
3. Se debe realizar estudios adicionales para la optimización de las etapas de proceso, sobre todo en el secado de la pectina para evitar el oscurecimiento de la misma, mediante experimentación con otros métodos de secado.
4. Estudiar métodos de recuperación del alcohol utilizado en el proceso de precipitación de la pectina, con el propósito de hacer más eficiente el mismo y disminuir los costos de producción.
5. Realizar el proyecto de obtención de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*) con un estudio detallado de costos para determinar si el mismo es factible a un nivel de producción industrial.
6. Realizar un estudio de cuantificación de los residuos de cáscara de plátano disponible en Bolivia a partir de otras actividades económicas que involucren el uso de la fruta, con el fin de utilizarla en la obtención de pectina a escala industrial.
7. Estudiar el proceso de esterificación alcalina en la pectina obtenida en el presente estudio con la finalidad de aumentar el grado de pureza de la misma.
8. Estudiar métodos de secado alternativos al del secado por convección mediante una estufa eléctrica, debido a que este método resulta muy caro para el proceso.

