

# **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.

La pectina fue aislada por primera vez en 1825 por el químico francés Henri Braconnot, 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.

La producción comercial de pectinas comenzó en 1908 en Alemania, a partir de los restos de la fabricación de zumo de manzana. Actualmente se obtienen de los restos de la extracción de zumo de manzana y, sobre todo, de los de la industria de los zumos de cítricos. El término pectina proviene de la palabra griega “*Pekos*” (denso, espeso, coagulado), sustancia mucilaginosa de las plantas superiores

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, 2002)

En 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.

Estas 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, 2003)

Smolensk, 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. (Suarez, 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 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 metiléster. De ahí que el término pectina se usa colectivamente para incluir al ácido péctico, la forma de pectina completamente des esterificada. (Pagan, 1996)

Existen numerosos procesos patentados e investigaciones que conciernen a la obtención de pectinas, y en cada uno de ellos se obtienen productos de diferente calidad, porque sus propiedades y sus posibles aplicaciones dependen considerablemente del método de obtención.

Durante el año 2008, en la Universidad de Zulia, Venezuela, se realizó un estudio que tuvo como objetivo la extracción y caracterización de la pectina a partir de la cáscara de plátano (Musa AAB subgrupo plátano, clon Hartón). Los resultados de la espectrometría de infrarrojo confirmaron que la pectina obtenida en condiciones de pH 2.0 y 3.0 es de bajo metoxilo. La pectina obtenida a pH 3.0 posee características competitivas dentro de su tipo para ser destinada a la industria de alimentos.

Universidad Católica de Maule (Chile), finales del año 2005 se desarrolló una investigación concerniente a la extracción de pectina para la producción de jaleas a partir de uvas (*Vitis labrusca* cv. Concord), se evaluó el efecto de dos niveles de madurez de la uva (16,6 y 22°) brix, tres niveles de pH (2, 2,5 y 3) y dos tiempos de cocción a 90°C (45 y 60 min) sobre la extracción de pectinas y su grado de metoxilación (GM). Se recomienda cosechar con 16,6 °Brix y calentar el zumo a pH 2,5 durante 60 minutos para obtener la mejor extracción de pectinas de alto grado de metoxilo, con un rendimiento del 3,84% (base peso fresco) y un grado de metoxilo 70,48 GM, comparable con pectinas HM de alta calidad.

Para el año 2003, en una investigación realizada en Medellín Colombia en la Universidad EAFIT, se presentó un proceso de producción de pectina a partir de cáscaras de naranja a escala piloto, con extracción por hidrólisis en medio ácido y precipitación con alcohol etílico. El producto obtenido presentó buena apariencia y sus características de gelación son comparables con los productos del mercado internacional

En Bolivia “ciudad de Cochabamba”, en la Universidad del Valle presentó la propuesta denominada: “Obtención de pectina a partir de la cáscara de maracuyá, mediante hidrólisis ácida”, se inactiva la enzima a temperatura alta, para posteriormente hidrolizar, filtrar, secar y obtener la pectina. En este trabajo se obtuvo un rendimiento del 8,5. Así mismo se realizó la investigación denominada “Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de cáscara de naranja”. En este trabajo se presentó, la extracción de aceite esencial y pectina a partir de la cáscara de naranja (*Citrus sinensis*) como un proceso integral. Se concluye además que las técnicas de simulación son una herramienta poderosa que permite minimizar tiempo, costos y experimentación en el diseño de procesos.

### **Producción de Pectina a Nivel Mundial**

Se estima que la producción mundial de pectina es de 40.000 – 45.000 toneladas por año. Los principales productores son Dinamarca, Holanda, Estados Unidos, Canadá, México, Suiza y Alemania.

Europa tiene la mayor cuota de mercado en el mercado de pectina, seguida de América del Norte. La demanda en la región es alta debido a la presencia y el crecimiento de aplicaciones de uso final para el producto. La creciente área de aplicación de los hidrocoloides, como la gestión de las cualidades espesantes y gelificantes de los alimentos acuosos, está impulsando el crecimiento del mercado.

El aumento del uso de pectina en jugos de frutas para mejorar la sensación en la boca, en aplicaciones lácteas acidificadas para la estabilización de proteínas, mermeladas

bajas en calorías y bebidas proteicas acidificadas, ha estado apoyando el crecimiento del mercado durante los últimos años. La creciente conciencia sobre la multifuncionalidad de la pectina entre los fabricantes de alimentos y bebidas, como reduce el tiempo de cocción, mejora la textura y el color, y aumenta la vida útil, se encuentran entre los factores que han estado alimentando el mercado de la pectina.

**Figura I-1 Productores de Pectina a nivel mundial**



**Fuente:** Mordor Inteligencia

Se espera que el tamaño del mercado de pectina crezca de USD 0.96 mil millones en 2023 a USD 1.26 mil millones para 2028, a una tasa compuesta anual de 5.66% durante el período de pronóstico (2023-2028).

**Cuadro I-1 Tamaño del Mercado de Pectina**

Periodo del estudio	2023 – 2028
<b>Volumen del Mercado (2023)</b>	USD 0,96 mil millones de dólares
<b>Volumen del Mercado (2028)</b>	USD 1.26 mil millones de dólares
<b>Tasa Compuesta (2023-2028)</b>	5.66 %
<b>Mercado de Crecimiento más rápido</b>	Asia Pacífico
<b>Mercado más grande</b>	Europa

Elaboración propia con datos de (Intelligence, 2022)

En Bolivia no existe producción de pectina, por lo que se recurre al mercado internacional para adquirir esta materia prima, se recurre a la importación de productos pécticos, los cuales como se mencionó anteriormente provienen de Brasil, México e incluso China, de manera que el costo del producto es muy elevado a pesar de que se obtiene de desechos subvalorados como cáscara de frutas cítricas.

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

La pectina tiene varias aplicaciones y usos importantes en diferentes industrias:

### **Industria Alimenticia**

- Fabricación de jaleas (gelatinas) y conservas.
- Como espesante en la mayonesa.
- Precipitación de la caseína de la leche.
- Como estabilizador en los sorbetes.
- Preparación de jugos.

### **Industria Farmacéutica**

- Coagulante sanguíneo
- Emulsificante de preparados farmacéuticos.
- Como antídoto en intoxicaciones con metales pesados.
- En la fabricación de cosméticos.
- Como agente suspensor o modificador de la viscosidad

## **1.2 Objetivos**

### **1.2.1 Objetivo general**

Obtención de pectina a partir de la cáscara de naranja (*Citrus sinensis*) mediante hidrólisis ácida.

### **1.2.2 Objetivos Específicos**

- Cuantificar el contenido de pectina extraído a partir de cáscara de *Citrus sinensis*.
- Desarrollar el balance materia y energía.
- Establecer las condiciones de pH, Temperatura y tiempo de calentamiento óptimos que nos dan mayor rendimiento de pectina.
- Evaluar los rendimientos de extracción de pectina en la cáscara de naranja.
- Realizar pruebas de control de calidad a la pectina extraída, ensayos de identificación, ensayo de grupos metoxilo y ensayo de ácido anhidro galacturónico.
- Determinar los costos de la investigación.
- Seleccionar la instrumentación y los reactivos necesarios para una hidrólisis ácida eficiente.

## **1.3 Justificación**

### **1.3.1 Justificación Técnica**

Al utilizarse la pectina en diferentes ámbitos de la industria y ser un producto muy versátil es importante contar con investigaciones al respecto para en un futuro poder elaborar este insumo y no depender de las importaciones que conllevan un costo bastante elevado. Por lo tanto, podemos enfatizar que una iniciativa como esta aportaría

valor en términos de práctica o sostenibilidad, tanto para la industria como para los consumidores.

### **1.3.2 Justificación Económica**

En Bolivia no existe producción de pectina por lo tanto no se aprovecha industrialmente la cáscara de naranja ni de ningún otro fruto. La pectina tiene una alta demanda de consumo en la industria alimentaria, pero en su mayoría este insumo se importa de distintos países provocando altos costos por concepto de importación. Es por este motivo que surge la necesidad de desarrollar un proceso experimental a escala de laboratorio, que vislumbre de manera clara el procesamiento de pectina a partir de las cáscaras naranja

### **1.3.3 Justificación Social**

El presente trabajo de investigación se realiza con el propósito de fomentar la producción de pectina en el departamento de Tarija, puesto que, se cuenta con zonas que producen en abundancia lo que es la naranja entre otros cítricos. Con el objetivo de reducir la importación de pectina de países extranjeros, de esta manera generando nuevas fuentes de trabajo y oportunidades de emprendimiento. Otorgando un mejor aprovechamiento de este residuo sólido orgánico de la cascara de naranja (*Citrus sínensis*) para obtener un producto con mayor valor agregado.

### **1.3.4 Justificación Ambiental**

Actualmente en Bolivia no existe un tratamiento adecuado con el manejo de los residuos orgánicos por lo que es necesario llegar a procesar una parte de estos residuos para hacerlos útiles en forma de abono orgánico, dado que en el país no se aprovecha el bagazo de la naranja de ninguna manera este se llega a convertir en un desecho, generando un impacto negativo en el ambiente que nos rodea, por lo tanto, destinarlo a como materia prima para la elaboración de pectina minimizaría los residuos orgánicos en todo el país.



### **1.3.5 Justificación Personal**

Esta investigación aportará información nueva en las investigaciones realizadas en polímeros en la Carrera de Ingeniería Química de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho. Información que sirve de plataforma para impulsar nuevos trabajos que enriquezcan el conocimiento en esta área.

# **CAPÍTULO II**

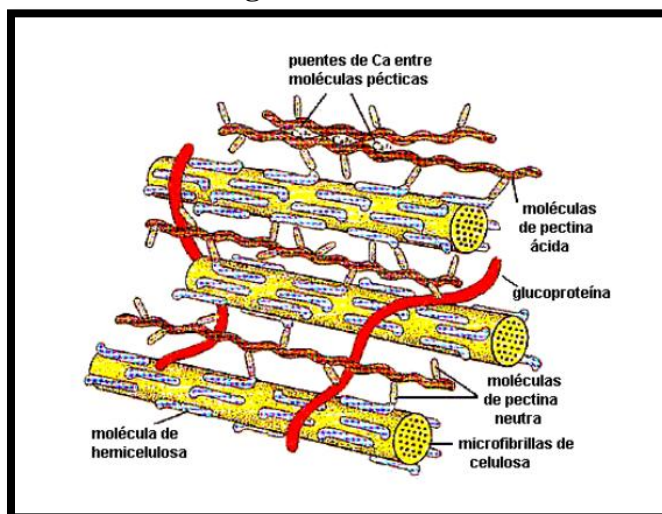
## **MARCO TEÓRICO**

## 2.1 Pectina

### Definición

La pectina se define como un hidrato de carbono purificado, mezclas complejas de polisacáridos. Se trata de un polisacárido constituido por 150 - 500 unidades de ácido galacturónico (peso molecular del polímero, 30 000 – 100 000) parcialmente esterificado con un grupo metoxilo. La cadena que constituye el esqueleto contiene también restos de L-ramnosa y está ramificada con cadenas laterales compuestas mayoritariamente por  $\beta$ -D-galactopiranososa y  $\alpha$ -L-arabinofuranosa.

**Figura II-1 Pectina**



**Fuente:** *Google imágenes*

Las pectinas se obtienen de materiales vegetales que tienen un alto contenido de éstas, tales como manzanas, frutas cítricas, piña, guayaba dulce, tomate de árbol, maracuyá y remolacha. Los subproductos de la industria de zumos de frutas, bagazo de manzanas y albedos de cítricos (limón, limón verde, naranja, toronja), constituyen básicamente entre el 2 y 35 % de las paredes de las células vegetales.

El siguiente cuadro muestra el rendimiento promedio de pectina obtenida a partir de éstas.

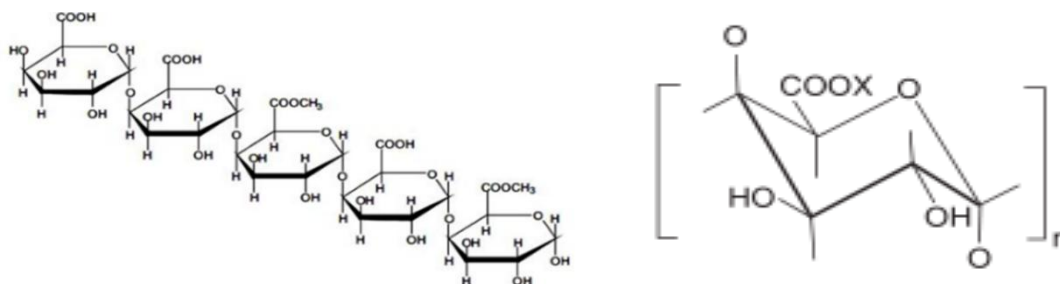
**Cuadro II-1 Porcentaje de pectina en frutos**

FRUTO	% PECTINA
Críticos	20 - 30 %
Manzana	10 – 15 %
Girasol	15 - 25 %
Remolacha	10 – 20 %
Maracuyá	15 – 20 %

**Fuente:** Herbreith y Fox (2005).

### 2.1.1 Localización y estructuras 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  $\alpha$ -D-(1,4), en la cual algunos de los carboxilos pueden estar esterificados con metanol. (Badui, S., 2006).

**Figura II-2 Estructura química de la pectina**

Estructura de las pectinas: X puede ser H o CH<sub>3</sub>

**Fuente:** (Villegas, Yipmantin, Guzman, Pumachagua, & Maldonado, 2011)

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). (Pion, 2017)

### **2.1.2 Clasificación de las sustancias pécticas**

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

#### **2.1.2.1 Protopectinas**

Las protopectinas, altamente esterificadas con metanol y muy insolubles en agua, se encuentran en los tejidos inmaduros de los frutos y que le dan la textura rígida. Sin embargo. Durante la etapa de maduración, la protopectina insoluble en agua posee un 100 % de metoxilación; se transforma en pectina soluble al perder metoxilos, lo que conlleva a la pérdida de firmeza de los frutos. Es por esto que la mayor concentración de protopectina se encuentra en los tejidos vegetales en crecimiento.

#### **2.1.2.2 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. (Suarez, 2014)

#### **2.1.2.3 Pectinas**

Las pectinas son productos purificados de carbohidratos obtenido por la extracción acuosa (en medio ácido) de las plantas, principalmente de los frutos comestibles, son muy soluble en agua caliente y se unen con el azúcar y los ácidos de la fruta para formar un gel. (Acevedo&Ramirez, 2011)

Constituyen el 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. Aún 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).

#### 2.1.2.4 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 (Suarez, 2014)

#### 2.1.3 Clasificación de las pectinas

Braverman (2010). Las pectinas se clasifican por su "poder gelificante (grado) y su grado de metoxilación en:

- ❖ Pectinas de alto metoxilo donde GE es mayor al 50%.
- ❖ Pectinas de bajo metoxilo donde GE es menor al 50%.

##### 2.1.3.1 Grado de esterificación (GE)

El grado de esterificación (GE) se refiere al porcentaje de grupos carboxilo que son esterificados con metanol. El número y distribución de los grupos estermetílicos a lo largo de la molécula juegan un papel importante en la solubilidad, propiedades de espesamiento, capacidad de gelificación, que son condiciones requeridas para las propiedades finales del gel. (Muñoz F. , 2011)

El grado de metoxilación o esterificación tiene un papel importante en la firmeza y cohesión de los tejidos vegetales.

**Cuadro II-2 Relación entre grado de esterificación y contenido de metoxilos**

Grado de esterificación (%)	Contenido de metoxilos (%)
0	0.00
10	1.63

*Continuación...*

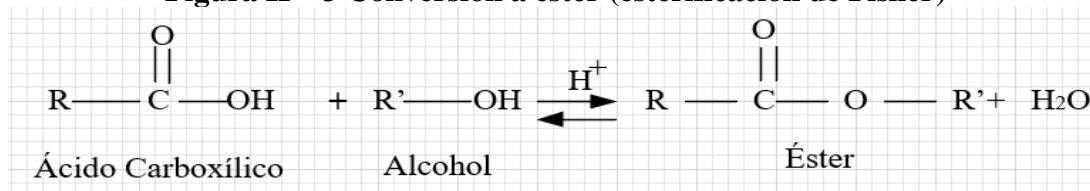
Grado de esterificación (%)	Contenido de metoxilos (%)
20	3.26
30	4.90
40	6.53
50	8.16
60	9.79
70	11.42
80	13.06
90	14.69
100	16.32

**Fuente:** (Nizama, 2015)

El grado de esterificación o de metoxilación es un parámetro importante en la estimación del comportamiento de una pectina en cuanto a su velocidad de dispersión en soluciones acuosas, tiempo de gelificación del gel producido con ella.

En general las pectinas del tejido tienen una gama de grados de esterificación que va del 60 al 90 %. Las pectinas están clasificadas como de alto metoxilo y bajo metoxilo pectinas, se realizan en base a su grado de esterificación siendo este término el número de funciones carboxílicas que han sido metoxiladas en cada 100 grupos de ácido galacturónico. La separación entre las pectinas de alto metoxilo y las pectinas de bajo metoxilo es arbitraria del 40 al 50 % de (GE). (Pagan, 1996)

**Figura II – 3 Conversión a éster (esterificación de Fisher)**

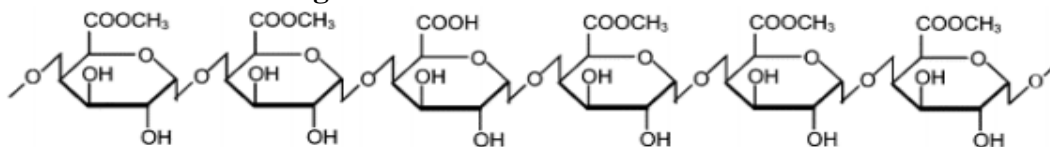


**Fuente:** (Morrison & Boyd, 1998)

### 2.1.3.2 Pectinas de alto metoxilo

Son aquellas en las cuales más del 50 % de los grupos carboxilos del ( $C_6H_{10}O_7$ ) del polímero se encuentra esterificado con metoxilo lo cual le permite ser soluble en agua.

**Figura II - 4 Pectina de alto metoxilo**



**Fuente:** (Martinez, 2013)

El elevado grado de esterificación de las pectinas de alto metoxilo influyen sobre sus propiedades (mientras mayor sea la proporción de grupos carboxilo esterificados, mayor es la temperatura de gelificación). Estas pectinas forman geles en condiciones de pH entre 2,8 y 3,5 y un contenido de sólidos solubles (azúcar) entre 60 y 70%. (Henao, 2012)

A su vez, las pectinas de alto metoxilo pueden encontrarse en el mercado de tres tipos:

**Cuadro II-3 Tipos de pectinas**

Gelificación de la pectina	Porcentaje de esterificación
Lenta	60-67
Mediana	68-70
Rápida	71-76

**Fuente:** (Arellano, 2011)

### 2.1.3.3 Pectina de gelificación rápida

Belitz (2009) manifiesta que con un grado de metoxilación de por lo menos el 70%, que forma geles con adición de azúcar y ácidos a pH de 3,0- 3,4; y a temperaturas superiores a los 85° C. Esta pectina produce el espesamiento o gelificación al poco tiempo de ser agregada.

Esto mantiene las frutas y las partículas de pulpa uniformemente en todo el lote o en los envases, evitando el problema de "flotación".



#### 2.1.3.4 Pectina de gelificación a velocidad mediana

Badui (2005), menciona que son usadas para la fabricación de mermeladas destinadas a ser empacadas en recipientes pequeños (máximo 1 Kg.), ya que la rapidez de gelificación evita que la fruta en trozos flote durante la fase de enfriamiento. Estas pectinas son también empleadas para aquellos productos que requieren un valor relativamente alto de pH (pH=3,0-3,5 para 65% de sólidos solubles).

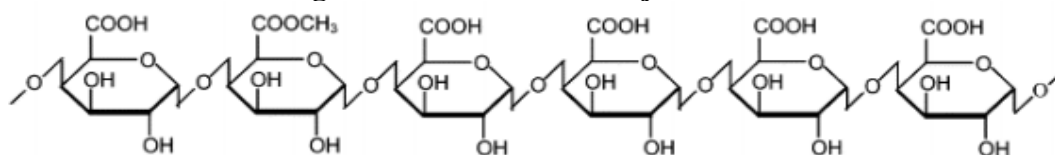
#### 2.1.3.5 Pectina de gelificación lenta

Según Belitz (2009), con un grado de metilación entre el 50 - 70%, que forma geles con azúcar y ácido a pH óptimo entre 2,8 - 3,2 y su gelificación puede empezar a temperaturas menores a 85° C. El uso de esta pectina evita que la jalea se solidifique antes de ser colocada en los envases.

#### 2.1.3.6 Pectina de bajo metoxilo

Según Badui (2005), al contrario de las pectinas de alto metoxilo, las pectinas de bajo forman geles termorreversibles por interacción con el calcio presente en el medio; el pH y la concentración de sólidos son factores secundarios que influyen en la velocidad, en la temperatura de gelificación y además en la textura final del gel. En efecto estas pectinas tienen la propiedad de formar gel cuyo soporte está constituido por una estructura reticular de PECTINATOS DE CALCIO, mientras su contenido de sólidos solubles puede bajar hasta 2%, y el valor de pH acercarse a la neutralidad. Para la gelificación, por esto, la sola presencia de la pectina y de las sales de calcio es necesaria y suficiente.

**Figura II - 5 Pectina de bajo metoxilo**



**Fuente:** (Martinez, 2013)

## 2.2 Caracterización del producto

Según el Codex Alimentarius, la pectina está calificada como aditivo alimentario autorizado y seguro, su adición en productos alimenticios se realiza para mejorar sus propiedades organolépticas (Norma Codex Stan 192-1995, p.3). La caracterización de la pectina a extraer debe cumplir los parámetros del Comité Mixto FAO/OMS de Expertos en Aditivos Alimentarios (JECFA).

**Cuadro II - 4 Caracterización de pectina estándar**

Componente	Especificación (Pectina estándar)	Unidad
Grado de esterificación	$74.71 \pm 3.32$	%
pH	2.8 - 3.60	-
Humedad	$8.51 \pm 1.96$	% masa
Cenizas	$3.77 \pm 3.39$	% masa
Contenido de azúcar	55 – 85	% masa
Peso equivalente	$1\,775.46 \pm 1\,143.78$	mg/meq
Ácido galacturónico	$68.29 \pm 13.39$	%
Contenido de metoxilo	$6.93 \pm 3.22$	%
Acidez libre	$0.78 \pm 0.46$	meq/g
Hierro	9.50	mg/100 g
Calcio	1 034.42	mg/100 g
Bacteriológico	-	-
Cuenta de hongos y levaduras (25 °C)	Menos de 10/g	-
Recuento total en placa	Menos de 500/g	-
Escherichia coli	Prueba Negativa	-
Salmonella	Prueba negativa	-
Estafilococos	Prueba negativa	-

**Fuente:** (Pion, 2017)

## **2.3 Propiedades Fisicoquímicas De La Pectina**

### **2.3.1 Solubilidad**

El agua es el mejor solvente para las pectinas 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 se emplean para precipitar la pectina de las soluciones después de un proceso de hidrólisis por tratamiento de la materia prima

### **2.3.2 Acidez**

Las pectinas son neutras en su estado natural, en solución tienen carácter ácido el cual depende del medio y del grado de esterificación. El pH de las soluciones de pectina varía entre 2.8 y 3.4 como función del grado de esterificación. La pectina tiene una constante de disociación de  $0.1$  a  $10 \times 10^{-4}$  a  $19^{\circ}\text{C}$

### **2.3.3 Viscosidad**

Las pectinas forman soluciones viscosas en agua, esta propiedad depende del grado de polimerización de la pectina, el pH, la temperatura, la concentración y la presencia de electrolitos. En las pectinas con alto grado de esterificación, la viscosidad por efecto de su presencia aumenta al aumentar el peso molecular, los grupos laterales y la concentración de la pectina en solución. 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.

### **2.3.4 Poder de gelificación en geles de pectina**

Para las pectinas con alto metoxilo, se considera que a un pH de 3.4 por lo menos un 40% de los ésteres metílicos están des esterificados y por lo tanto será difícil lograr la formación de un gel estable con presencia de concentraciones de 65% de azúcares. Un exceso en la concentración del azúcar puede producir cristalización en el almacenamiento. En el caso de las pectinas de bajo metoxilo, los geles son menos rígidos y se pueden trabajar con menos

sólidos solubles, no dependen tanto del pH, de hecho, se pueden obtener buenos geles entre valores de pH de 2.5 y 6.5, pero requieren calcio en una concentración adecuada que varía entre 0.01 y 0.1% p/p en base húmeda. Una mayor concentración de calcio puede conducir una sinéresis excesiva. Un gel de pectina puede considerarse como un sistema en el cual el polímero está en una forma entre completamente disuelto y precipitado. Segmentos de la cadena molecular están juntos por cristalización limitada para formar una red tridimensional, en la cual el agua, el azúcar y otros solutos se mantienen.

### **2.3.5 Longitud de las cadenas**

Determina la consistencia del gel y está por lo tanto íntimamente relacionada con el poder gelificante.

### **2.3.6 Peso molecular**

El peso molecular de la pectina, relacionado con la longitud de la cadena, es una característica muy importante de la que dependen la viscosidad de sus disoluciones y su comportamiento en la gelificación de las jaleas. La determinación cuidadosa del peso molecular es difícil, parcialmente debido a la extrema heterogeneidad de las muestras y a la tendencia de las pectinas a agregarse, aún bajo condiciones no favorables a la gelación. Los pesos moleculares de pectinas y su distribución fueron estudiados sistemáticamente por viscosimetría y determinaron que los pesos moleculares variaban de 20000 a 300000.

### **2.3.7 Acción de las bases**

La adición de hidróxido de sodio permite obtener primero las sales ácidas, luego los pectinatos neutros y después ocurre el fenómeno de desmetoxilación o sea rompimiento de los ésteres metílicos. Los grupos éster pueden ser separados de la molécula aun a baja temperatura, sin despolimerización.

### **2.3.8 Acción de los ácidos**

Solubilizan la protopectina, por esta razón se emplea medio ácido controlado en los procesos de extracción de la pectina; aceleran la separación de los metoxilos, si su efecto se continúa

se afectan los enlaces glicosídicos 1 – 4 y se pueden romper, y a un pH fuertemente ácido, temperaturas altas y tiempos largos, se presenta la des carboxilación con formación de CO<sub>2</sub> y furfural. A bajas temperaturas predomina la saponificación y altas temperaturas la despolimerización.

### 2.3.9 Acción de las enzimas

Sobre las pectinas pueden actuar la pectinmetilesterasa (PME) y la poligaractunosa (PG). La primera ataca a los grupos carboxilo esterificados con metanol liberando los grupos ácidos y el metanol, y la PG ataca las uniones de las unidades de ácido galacturónicos disminuyendo el peso molecular, cambiando así todas las propiedades que dependen de estas características. Las enzimas pectinolíticas son producidas por hongos y bacterias, para fabricar industrialmente pectinas con características especiales.

### 2.3.10 Propiedades microbiológicas

Debido a que la pectina es un polisacárido que se encuentra principalmente en medios ácidos, la cuenta de levaduras y hongos son muy relevantes para el usuario. Debe cumplir con lo siguiente:

**Cuadro II - 5 Análisis microbiológico de la pectina**

<b>Cuenta total de placa (37 °C)</b>	Menos de 500/g
<b>Cuenta de hongos y levaduras (25 °C)</b>	Menos de 10/g
<b>Escherichia coli</b>	Prueba negativa
<b>Salmonella</b>	Prueba negativa
<b>Estafilococos</b>	Prueba negativa

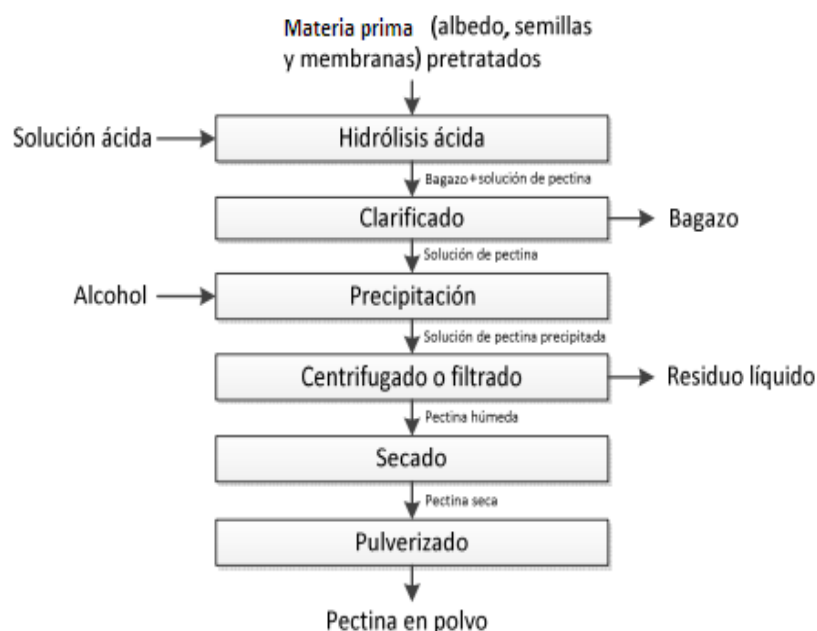
**Fuente:** (Gomez, y otros, 2001)

## 2.4 Proceso de extracción de la pectina

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.

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, las cuales son las variables independientes que determinan la calidad del producto y el rendimiento del proceso. 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, 2015)

**Figura II - 6 Proceso de Extracción de Pectina**



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

### **2.4.1 Hidrólisis ácida**

La hidrólisis ácida es un proceso químico que consiste en emplear catalizadores ácidos para transformar las cadenas de polisacáridos en sus monómeros elementales.

Para el proceso de hidrólisis ácida se recomienda la utilización de ácidos próticos para la catálisis de la reacción, tales como el HCl, HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, los cuales tienen la capacidad al disociarse de ceder un protón.

Posteriormente al pretratamiento se procede a agregar el ácido y cierta cantidad de agua para someter a calentamiento a reflujo constante, las condiciones experimentales se deben ajustar de acuerdo al material a tratar, pudiéndose modificar el tipo de ácido utilizado, las concentraciones de este en la solución, la temperatura de calentamiento y el tiempo al que se someterá.

### **2.4.2 Precipitación**

En la etapa de precipitación de las pectinas se pueden emplear sales o alcoholes. Se prefieren estos últimos porque al usar las pectinas en la industria de alimentos se evitan residuos, mientras que con las sales es necesario un lavado muy cuidadoso para retirar todo residuo. En la precipitación de las pectinas se recomienda un volumen de alcohol equivalente al 80% de la solución que se va a precipitar. Sin embargo, en ensayos de laboratorio se encontró que disminuyendo el volumen de alcohol a un equivalente el 60% del volumen de la solución no se disminuye el rendimiento de una manera notable y si disminuyen los costos sustancialmente.

Para esta etapa del proceso se empleará etanol al 95% o 96%.

### **2.4.3 Métodos de análisis de la pectina extraída de la cáscara de naranja**

Los métodos empleados para la caracterización de la pectina extraída a partir de la cáscara de naranja se realizaron de acuerdo a la metodología planteada por (Owens et al, citado por (Suarez, 2014)).

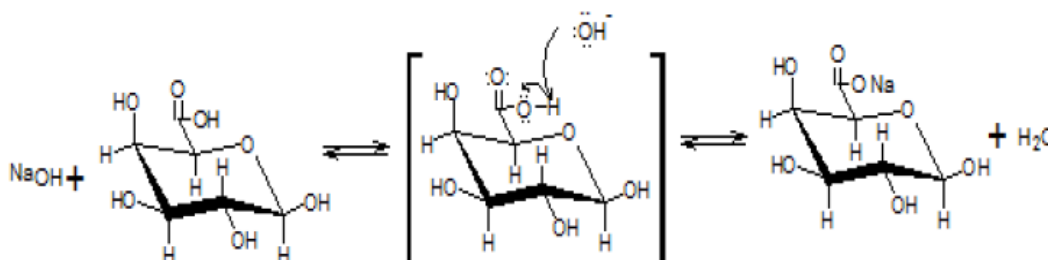
#### 2.4.4 Peso Equivalente

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 0.1N gastados en la valoración, tal como se aprecia en la siguiente ecuación:

$$\text{Peso Equivalente (PE)} = \frac{\text{mg componente ácido (pectina)}}{\text{meq NaOH}}$$

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.

**Figura II -7 Reacción química de la molécula de ácido D-galacturónico con NaOH**



**Fuente:** (Suarez, 2014)

#### 2.4.5 Determinación de acidez libre

La acidez libre se determina aplicando la relación de los meq de NaOH 0.1N consumidos (que representan los carboxilos libres presentes en el componente ácido) y el peso de la pectina en g, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Acidez libre} = \frac{\text{meq NaOH}}{\text{g componentes ácido}}$$



#### 2.4.6 Determinación del 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, y así clasificarla como PBM, o de PAM, además de determinar la sensibilidad de la pectina a la presencia de cationes polivalentes.

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 exceso medido de NaOH 0.25 N, para saponificar los grupos  $-\text{COOCH}_3$  que pasan a  $-\text{COONa}$  y finalmente se titula el exceso de NaOH.

El porcentaje de metoxilo se determina partiendo de la solución 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.

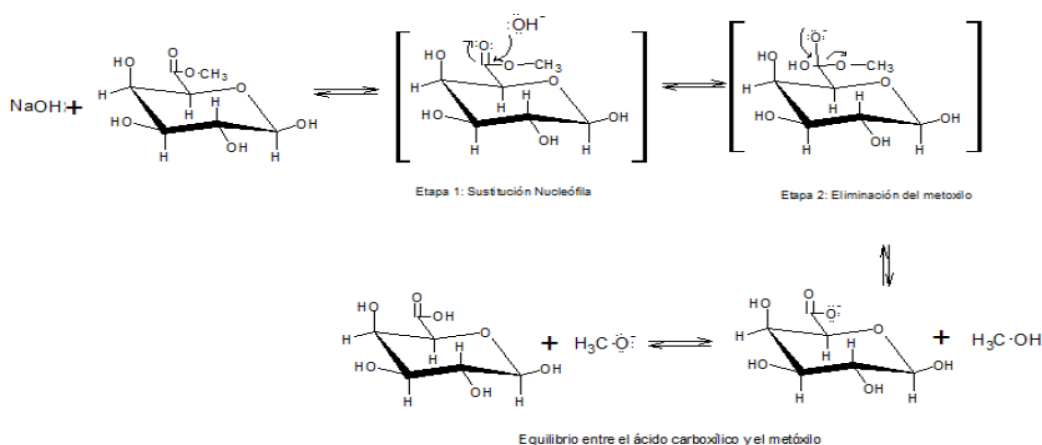
El porcentaje de metoxilo, se calcula de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Metoxilo} = \frac{\text{meq B} * 31}{\text{mg componente ácido}} * 100$$

Donde 31 es el peso molecular del metoxilo ( $-\text{O}-\text{CH}_3$ ) expresado en mg/meq

meq B son los meq de NaOH gastados en la determinación del contenido de metoxilo.

**Figura II - 8 Mecanismo de saponificación del ácido D-galacturónico**



**Fuente:** (Suarez, 2014)

#### 2.4.7 Determinación del grado de esterificación (GE)

El GE relaciona los carboxilos de urónicos esterificados y los carboxilos totales de urónicos el cual se obtiene:

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

Dónde los meq A equivalen a los miliequivalentes de NaOH gastados en la determinación de la acidez libre y meq B son los miliequivalentes de NaOH gastados en la determinación del contenido de metoxilo. (Súarez & Orozco, 2014)

#### 2.4.8 Determinación del porcentaje de ácido anhídrido galacturónico (AAG)

El porcentaje de AAG, 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 la acidez libre y porcentaje de metoxilo (Súarez & Orozco, 2014), de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% \text{ AAG} = \frac{176 * (meqA + meqB)}{mg \text{ pectina}} * 100\%$$

**Dónde:**

- 176 es el peso molecular del ácido anhídrido galacturónico (AAG) expresado en mg/meq.

## **2.5 Generalidades De La Naranja**

El naranjo, es un árbol originario del lejano oriente, específicamente de China, en la edad media fue llevado a Europa, por los musulmanes. En 1565 los españoles trajeron esta fruta a América, donde plantaron naranjos en las regiones de Florida y California, que actualmente son las principales regiones productoras del mundo.

El nombre del género botánico, Citrus, deriva del griego Kitros, que era como designaban a aquel fruto. El término se escribe en latín Aurantia, por su color de oro. En lenguaje dravídico (de la India), significa (perfume interior)

### **2.5.1 Descripción y clasificación botánica de planta y fruto de la variedad (citrus sinensis).**

**Citrus sinensis.**

El naranjo es un Árbol generalmente pequeño, que oscila entre 6 a 10 metros de altura, con una copa compacta, chica, con el tronco de color gris y liso, algunas veces espinoso.

Las hojas son perennes, coriáceas, de un verde intenso y brillante, conforma ovalo elíptico-lanceolada, con la base en forma de cuña, el Ápice agudo. Las flores, son de naturaleza hermafrodita, de tamaño medio, aparecen solitarias o en pequeños racimos durante la primavera, presentan cinco pétalos blancos, carnosos y muy perfumados.

**Figura II - 9 Planta de naranjo**



**Fuente:** Google imágenes

La naranja, como fruto es una baya especial, formada por una piel externa más o menos rugosa y de color anaranjado, con abundantes glándulas que contienen aceites esenciales, y una parte intermedia adherida a la anterior, blanquecina y esponjosa (fibra). La piel externa se denomina Exocarpo o Pericarpo; la capa blanca se llama Mesocarpo, y el interior de la fruta que constituye la parte comestible es el Endocarpo, formado de siete a doce gajos carnosos que contienen vejigas rebosantes de zumo

**Figura II - 10 Fruta Naranja**



**Fuente:** Google imágenes

**Cuadro II-6 Clasificación botánica del *Citrus sinensis***

REINO	PLANTEA
<b>División</b>	Anthophita
<b>Subdivisión</b>	Angiospermas
<b>Clase</b>	Dicotiledónea
<b>Familia</b>	Rutáceas
<b>Subfamilia</b>	Aurantioideae
<b>Tribu</b>	Citrieae
<b>Subtribu</b>	Citrinae
<b>Género</b>	Citrus
<b>Subgénero</b>	Eucitrus
<b>Especie</b>	sinensis
<b>Nombre común</b>	Valencia, Victoria.

**Fuente:** Instituto Botánico de Castilla-La Mancha







### 2.5.2 Producción de naranja en el mundo

En todo el mundo se producen 73.298.838 toneladas de naranja por año. Brasil es el mayor productor de naranja del mundo con un volumen de producción de 17.251.291 toneladas por año. China ocupa el segundo lugar con una producción anual de 8.550.865 toneladas.

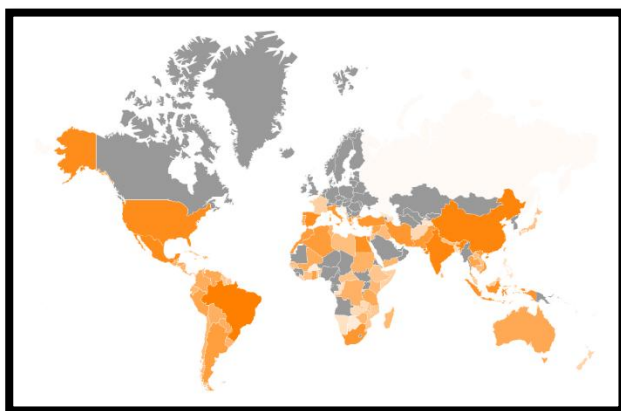
De todas las naranjas producidas en el mundo, cerca del 20 % del total se vende como fruta entera, mientras que el resto se utiliza en la elaboración de extractos y zumos. Las naranjas son valoradas por su contenido en vitamina C. También es una fuente de otros nutrientes, como el ácido fólico, el calcio y el potasio.

Por regiones, América es el principal productor de este cítrico, representando más del 40 % de la producción total. Supera así a Asia (37,6 %), África (12,9 %) y Europa (8,5 %). Rusia, con más de 16,7 millones de toneladas, es el mayor productor de naranjas del mundo, representando el 22 % de la producción mundial. Bolivia ocupa el treinta doceavo lugar con una producción anual de 185,093 toneladas

**Cuadro II - 7 Producción mundial de naranja**

Nº	País	Producción (toneladas)	Producción por persona (kg)	Superficie (Hectáreas)	Rendimiento (kg/Hectáreas)
1	 Brasil	17,251,291	82.332	658,945	26,180.2
2	 República Popular China	8,550,865	6.135	505,700	16,909
3	 India	7,503,000	5.614	578,000	12,981
4	 Estados Unidos de América	5,160,000	15.743	223,144	23,124.1
5	 México	4,603,253	36.903	314,588	14,632.6
- - - - -					
32	 Bolivia	185,093	16.369	22,864	8,095.4

**Fuente:** (AtlasBig, s.f.)

**Figura II - 11 Países con mayor producción de naranja**

**Fuente:** (AtlasBig, s.f.)

### 2.5.3 Producción de naranja nacional

La mandarina y la naranja son los principales cítricos a nivel nacional, durante el año agrícola 2015-2016 se produjeron 225.712 toneladas métricas de mandarina y 185.093 toneladas métricas de naranja, informó el Instituto Nacional de Estadística.

En nuestro país se cultivan cinco tipos de cítricos, naranja, mandarina, limón, lima y toronja/pomelo.

**Figura II-12 Superficie, producción y rendimiento según cultivo año 2015 -2016**

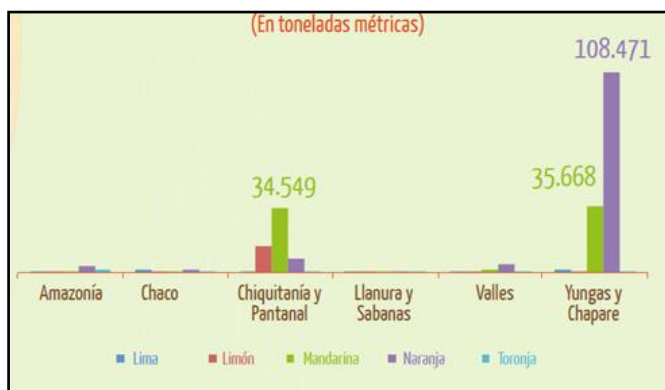


**Fuente:** (INE, 2015):

### 2.5.4 Producción de cítricos en macrorregiones

La macrorregión con mayor producción de cítricos es Yungas y Chapare, que representa 66,3% del total nacional y equivale a 146.331 toneladas métricas, le sigue la macrorregión Chiquitanía y Pantanal con 25,7%, correspondiente a 56.682 toneladas métricas.

La naranja registra mayor producción en la macrorregión Yungas y Chapare con 108.471 toneladas métricas, mientras que en la macrorregión Chiquitanía y Pantanal, la mandarina predomina con 34.549 toneladas métricas.

**Figura II - 13 Producciones según macrorregiones**

**Fuente:** (INE, 2015)

### 2.5.5 Comercio internacional de cítricos

Las exportaciones de productos cítricos de Bolivia alcanzaron a 13,2 millones de dólares estadounidenses en 2016. El producto más exportado fue el limón con 3.896 toneladas por un valor de 3,1 millones de dólares, seguido de la exportación de 2.168 toneladas de jugo de limón por un monto de 6,1 millones, además de 127 toneladas de aceites esenciales de agrios de limón por un valor de 4,1 millones de dólares.

Los Países Bajos fueron el principal destino de las exportaciones nacionales por un monto de 7,3 millones de dólares estadounidenses, sigue Estados Unidos con 1,8 millones de dólares.

**Figura II - 14 Exportación de cítricos (expresado en millones de dólares)**

**Fuente:** (INE, 2015)



**Figura II-15 Destino de las exportaciones de cítricos en el año 2016**



**Fuente:** (INE, 2015)

### 2.5.6 Producción de naranja Departamental

La producción de cítricos en el departamento alcanza las 10263 Ton Métricas (según la Encuesta Nacional Agropecuaria del 2015) de las cuales, 5024.56 Ton son únicamente de producción de naranja.

**Cuadro II-8 Producción Departamental de Cítricos Gestión 2015**

Cultivo	Producción (Ton Métricas)
TORONJA/POMELO	324
LIMA	356,31
LIMON	1502,18
MANDARINA	3055,95
NARANJA	5024.56

**Fuente:** Elaboración propia con datos de la Encuesta Nacional Agropecuaria 2015

**Cuadro II-9 Tarija: distribución de la producción agrícola 2014 – 2015 (expresado en %)**

Producto	Consumo		Para la transformación (%)	Pérdidas (%)	Ventas al mercado Nacional (%)	Otros (%)
	Del hogar (%)	Pérdida Animal (%)				
Lima	0.41	0	0	4.03	99.59	0
Limón	0.92	0	0.04	0	99.01	0
Mandarina	2.25	0.19	0.73	0.61	96.19	0.02
<b>Naranja</b>	<b>27.56</b>	<b>0.35</b>	<b>0.07</b>	<b>0.85</b>	<b>70.86</b>	<b>0.12</b>

**Fuente:** Elaboración propia con datos de la Encuesta Nacional Agropecuaria 2015

Es así que el fruto de la naranja únicamente está destinado a su consumo en fresco, y no sufre ninguna transformación o industrialización para darle un valor agregado y que los agricultores puedan adquirir mayor beneficio de su producción.

La producción de cítricos en el departamento abarca las provincias:

- Aniceto Arce
- Gran Chaco

Bermejo se perfila a ser el principal productor de cítricos e industrializarlos en nuestro país, las asociaciones se preparan en aumentar su producción porque ya está en etapa de conclusión el proyecto de “Apoyo y fomento a la transformación y comercialización de cítricos” que se construye y equipa en la comunidad de Arrozales.

Entre las variedades de cítricos cultivadas en mayor cantidad en el departamento con fines comerciales se tienen las siguientes variedades:

**Cuadro II-10 Variedades de cítricos**

<b>Cítrico</b>	<b>Variedad</b>	<b>Cosecha</b>	<b>Época</b>
<b>Naranjas</b>	Criolla	Temprana	Mayo-junio
	Jaffa	Intermedia	Julio-agosto
	Valencia	Tardía	Septiembre-noviembre
<b>Mandarinas</b>	Criolla	temprana	Mayo-julio
	Satsuma	Intermedia	Junio-agosto
	Malváceo	Tardía	Julio-septiembre
<b>Limón</b>	Eureka		Todo el año
<b>Pomelo</b>	Thompson	Intermedia	Julio-agosto
<b>Lima</b>		intermedia	Mayo-agosto

**Fuente:** Elaboración Equipo CETHA-Emborozú y UAJMS.

### **2.5.7 Caracterización de cascara de naranja**

La naranja en general, se conocen dos especies de naranjas: dulces (*Citrus sinensis*) es un hesperidio, tipo de fruto característico de los cítricos. Su exocarpo tiene vesículas con aceites esenciales, el meso carpo es de color blanco y el endocarpo o pulpa tiene tricomas con zumo. Su sabor es dulce y ácido, agradable. Casi el 90% de su contenido es agua.

La cáscara de naranja es rica en antioxidantes naturales (vitaminas A, como todas las frutas y verduras de color naranja, y vitamina C por supuesto) que favorecen el buen funcionamiento del sistema inmunológico y además combaten infecciones.

**Cuadro II-11 Composición fisico-química de la cascara de naranja**

<b>Componentes principales (%)</b>	Materia seca	90.00
	Proteína	6.00
	Carbohidratos	62.70
	Grasa	3.40
	Fibra	13.00
	Cenizas	6.90
<b>Minerales (%)</b>	Calcio	2.00
	Magnesio	0.16
	Fosforo	0.10
	Potasio	0.62
	Azufre	0.06
<b>Vitaminas (mg/kg)</b>	Colina	770.00
	Niacina	22.00
	Ac. pantoténico	14.96
	Riboflavina	22.20
<b>Aminoácidos (%)</b>	Arginina	0.28
	Cistina	0.11
	Lisina	0.20
	Metionina	0.11
	Triptófano	0,06

**Fuente :** (Demian A. Y Solomon N.,1986)

# **CAPÍTULO III**

## **PARTE EXPERIMENTAL**

### **3.1 Introducción**

Para el cumplimiento de los objetivos planteados, se realizó una investigación cuantitativa de tipo experimental, ya que, se manipularán variables independientes (temperatura, pH y tiempo), para analizar el comportamiento del producto y la variación que provocan en las variables dependientes del proceso (rendimiento de la pectina), de esta manera podremos definir las mejores condiciones de obtención de la pectina.

La parte experimental del presente trabajo, se realizó en las instalaciones del Laboratorio de Química de la Facultad de Ciencias y Tecnología perteneciente a la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho.

### **3.2 Metodología del estudio**

#### **3.2.1 Metodología cuantitativa**

El presente proyecto utiliza en su mayor descripción la metodología cuantitativa ya que, utilizamos valores numéricos para obtener conclusiones de que variables son las más adecuadas a utilizar en el proceso de obtención de la pectina. Asimismo, se analizan las variables, tratadas con procedimientos matemáticos y estadísticos. Una variable es una característica que puede adoptar distintos valores. Se busca establecer una relación de causa-efecto entre dos fenómenos.

#### **3.2.2 Metodología experimental**

Este enfoque de investigación manipula variables controladas para observar y medir los cambios producidos por el mismo, con el objetivo de establecer relaciones causales entre ellas, es por ello que esta metodología se adapta perfectamente con el tipo de proyecto que estamos desarrollando, ayudándonos a obtener conclusiones sobre la causa y efecto de un entorno controlado.

### **3.3 Selección del proceso a utilizar**

La selección del proceso a utilizar para la extracción experimental de pectina a partir de la cascará de naranja (*Citrus Sinensis*) se llevará a cabo mediante la realización del Método de

ponderación de factores, si bien este método se utiliza para “localización de plantas” se adaptará para seleccionar el mejor proceso para nuestro proyecto.

El objetivo será evaluar entre métodos como hidrólisis ácida convencional e hidrólisis ácida asistida por microondas que de acuerdo a referencias bibliográficas son las que se pueden llevar a cabo como extracción experimental de pectina.

Para la calificación de factores se utilizará un puntaje del 1 al 10 siendo:

**Cuadro III-1 Escala de calificación**

<b>Escala</b>	<b>Calificación</b>
Excelente	9 -10
Muy Bueno	7 – 8
Bueno	5 – 6
Regular	3 - 4
Malo	1 -2

**Fuente:** Elaboración propia

Los factores que fueron considerados para calificar se tomaron en cuenta debido a la influencia relativa de cada factor con el resultado final y su predominio con el entorno.

**Donde:**

**A=** Hidrólisis ácida convencional

**B=** Hidrólisis ácida asistida por microondas

**Cuadro III-2 Factores a ponderar para la elección del proceso a utilizar**

N°	Factor evaluado	Peso relativo (%)	Puntaje Alternativas de Extraccion		Ponderacion de Alternativas	
			A	B	A	B
1	Tiempo del proceso	0.2	6	8	1.2	1.6
2	Requerimiento Energetico	0.15	8	6	1.2	0.9
3	Proceso probado	0.1	9	5	0.9	0.5
4	Costo de Inversion	0.1	8	3	0.8	0.3
5	Impacto ambiental	0.1	9	9	0.9	0.9
6	Generacion de subproductos con valor economico	0.08	8	8	0.64	0.64
7	Confiabilidad del proceso	0.07	7	8	0.49	0.56
8	Rendimiento de la pectina	0.15	8	8	1.2	1.2
9	Rapidez en alcanzar temperaturas altas	0.05	7	9	0.35	0.45
<b>TOTAL</b>		1			<b>7.68</b>	<b>7.05</b>

**Fuente:** Elaboración propia

Se obtuvo la calificación global de cada alternativa:

$$P_i = \frac{\sum W_i}{C} \quad \text{E. (3-1)}$$

$$C = \sum W_i * P_i \quad \text{E. (3-2)}$$

**Donde:**

**C:** calificación global de cada alternativa.

**Wi:** peso relativo del factor i.

**Pi:** puntuación del factor i.



La calificación se obtuvo multiplicando el peso relativo por cada puntaje dado a los factores y posteriormente se sumaron las puntuaciones de cada alternativa, siendo el más conveniente la alternativa “A” (Hidrólisis ácida convencional).

Por lo tanto, la alternativa A es el mejor proceso para la extracción experimental de pectina a partir de la cascara de naranja para este proyecto con una puntuación de 7.68 puntos. Además, es importante recalcar que se cuenta con bastante información sobre este proceso de extracción, ya que, es un método ampliamente probado con resultados efectivos y rendimientos aceptables contando con las condiciones, equipos y materiales necesarios para la extracción de pectina en el laboratorio de química de la UAJMS.

### **3.4 Selección de variables para el proceso experimental**

#### **3.4.1 Variables Independientes**

**Temperatura:** En el presente trabajo de investigación se utilizó un rango de temperatura de extracción entre 60 y 85 °C. Cabe resaltar que la temperatura de hidrólisis ácida, en investigaciones preliminares, fue una variable de estudio estadísticamente significativa para el rendimiento de pectina, por lo tanto, los valores han sido seleccionados en base a resultados documentados.

El ácido sometido a altas temperaturas ayuda a solubilizar la pectina y otros componentes pécticos presentes en la pared celular (protopectina), por lo tanto, aumenta el rendimiento. Una baja temperatura puede ser insuficiente para permitir la hidrólisis de la protopectina (la forma insoluble de pectina) por los ácidos, obteniendo así un rendimiento menor de pectina, por lo tanto, al aumentar de temperatura de extracción usando ácido clorhídrico, aumenta significativamente el rendimiento de la pectina.

**pH:** Es una variable independiente de la investigación, en medio ácido los valores de pH utilizados para la extracción varían según la materia de la cual se extraen. Por lo tanto, se estudia el efecto del pH en sus dos niveles (pH 1.5 y pH 3.0) sobre la variable rendimiento. En general hay una clara tendencia a disminuir el porcentaje de pectina extraída al aumentar el pH, fueron seleccionados en base a resultados documentados de extracciones de pectina.

**Tiempo:** Es el tiempo en la etapa de hidrólisis ácido, es también una variable independiente que se estudiará para determinar su efecto en el rendimiento de pectina extraída. Los tiempos de hidrólisis fueron seleccionados en base a resultados documentados de extracciones de pectina.

### 3.4.2 Variable Dependiente

**Rendimiento de la Pectina:** el rendimiento en la producción de pectina es importante porque afecta directamente la cantidad de este polisacárido, que se utiliza ampliamente en la industria alimentaria como agente gelificante, espesante y estabilizante. Un buen rendimiento asegura una producción eficiente y rentable de pectina para su uso en una variedad de productos.

**Cuadro III-3 Variables independientes**

Variable	Tipo	Unidad de medición	Rango
Tiempo	Independiente	Min.	40 - 60
pH	Independiente	-	1.5 – 3.0
Temperatura	Independiente	°C	60 - 85

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro III-4 Variable dependiente**

Variable	Tipo	Unidad de medición	Rango
Rendimiento	Dependiente	%	> 2,5

**Fuente:** Elaboración propia

### 3.5 Diseño Experimental

Los modelos de diseño de experimentos son modelos estadísticos clásicos cuyo objetivo es averiguar si unos determinados factores influyen en una variable de interés y, si existe influencia de algún factor, cuantificar dicha influencia. los experimentos se utilizan para encontrar un resultado o efecto desconocido, para probar una teoría o para demostrar un efecto ya conocido. Las realizan científicos e ingenieros, entre otros, para entender qué insumos tienen un mayor impacto en la producción y a qué niveles de insumos se debe apuntar para alcanzar un resultado deseado (producción).

### 3.6 Modelo del diseño factorial

La ecuación de una línea recta es:  $Y=f_{-}(X) = \beta_{-0} + \beta_{-1} X$  **E. (3-3)**

Con:  $\beta_0$ : ordenada al origen y  $\beta_1$ : pendiente

En un análisis de regresión lineal simple, el problema es encontrar los valores que mejor estimen a los parámetros  $\beta_0$  y  $\beta_1$  a partir de una muestra aleatoria.

La regresión simple hace referencia a una sola variable independiente, mientras que en la regresión múltiple se hace referencia al establecimiento de modelos cuando se consideran dos o más variables independientes

$Y=f_{-}((X_1, X_2, \dots, X_k)) = f_{-}(X)$  **E. (3-4)**

#### 3.6.1 Mínimos cuadrados

Montgomery (1997) propone otra manera para entender el concepto de interacción cuando las variables (factores) en el diseño son cuantitativas. Se trata de una representación de modelo de regresión, la cual puede ser escrita como:

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k + \varepsilon_i \quad \text{E. (3-4)}$$

Donde el método de mínimos cuadrados consiste, entonces, en encontrar los valores,  $\beta_0$ ,  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ , ...

$H_0: \beta_i = 0$  (todos los coeficientes del modelo de regresión son iguales a cero, es decir que no hay un modelo lineal).

$H_a$ : Al menos un  $\beta_i \neq 0$  (al menos un coeficiente es diferente de cero, lo que implica que si hay modelo).

Cuadro III-5 ANOVA

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	F <sub>0</sub>	Valor P
A	$SS_A$	a-1	$MS_A = SS_A/a-1$	$MS_A/MS_E$	$P(f_{a-1,abc(n-1)} > F_A)$
B	$SS_B$	b-1	$MS_B = SS_B/b-1$	$MS_B/MS_E$	$P(f_{b-1,abc(n-1)} > F_B)$
C	$SS_C$	c-1	$MS_C = SS_C/c-1$	$MS_C/MS_E$	$P(f_{c-1,abc(n-1)} > F_C)$
AB	$SS_{AB}$	(a-1) (b-1)	$MS_{AB} = SS_{AB}/(a-1) (b-1)$	$MS_{AB}/MS_E$	$P(f_{(a-1)(b-1),abc(n-1)} > F_{AB})$
AC	$SS_{AC}$	(a-1) (c-1)	$MS_{AC} = SS_{AC}/(a-1) (c-1)$	$MS_{AC}/MS_E$	$P(f_{(a-1)(c-1),abc(n-1)} > F_{AC})$
BC	$SS_{BC}$	(b-1) (c-1)	$MS_{BC} = SS_{BC}/(b-1) (c-1)$	$MS_{BC}/MS_E$	$P(f_{(b-1)(c-1),abc(n-1)} > F_{BC})$
ABC	$SS_{ABC}$	(a-1) (b-1) (c-1)	$MS_{ABC} = SS_{ABC}/(a-1) (b-1) (c-1)$	$MS_{ABC}/MS_E$	$P(f_{(a-1)(b-1)(c-1),abc(n-1)} > F_{ABC})$
ERROR	$SS_E$	ABC(n-1)	$MS_E = SS_E/abc(n-1)$		
TOTAL	$SS_T$	abcn-1			

Fuente: Elaboración propia

### 3.6.1.1 Suma de los Cuadrados (SC)

La suma de distancias cuadradas. La SC Total es la variación total en los datos. SC (A), SC (B) y SC (C) representan la cantidad de variación alrededor de la media general. También se les conoce como la suma de los cuadrados entre los tratamientos. SC(AB), SC(AC), SC(BC) y SC(ABC) representa la cantidad de variación explicada por cada término de interacción respectivo. El error de SC representa la cantidad de variación entre el valor ajustado y la observación real. Esto se conoce también como un error en los tratamientos. Estas fórmulas asumen un modelo completo que está ajustado. Los cálculos son:

Los cálculos son:

$$SS(A) = nbc \sum_i (\bar{y}_i - \bar{y} \dots)^2 \quad \text{E. (3-5)}$$

$$SS(B) = nac \sum_j (\bar{y}_j - \bar{y} \dots)^2 \quad \text{Ec. (3-6)}$$

$$SS(C) = nab \sum_k (\bar{y}_k - \bar{y} \dots)^2 \quad \text{Ec. (3-7)}$$

$$SS(AB) = nc \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y} \dots)^2 \quad \text{Ec. (3-8)}$$

$$SS(AC) = nb \sum_i \sum_k (\bar{y}_{ik} - \bar{y}_i - \bar{y}_k + \bar{y} \dots)^2 \quad \text{Ec. (3-9)}$$

$$SS(BC) = n \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij} - \bar{y}_{ik} - \bar{y}_{jk} + \bar{y}_i + \bar{y}_j + \bar{y}_k - \bar{y} \dots)^2 \quad \text{Ec. (3-10)}$$

$$SS(ABC) = nc \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y} \dots)^2 \quad \text{E. (3-11)}$$

$$SC \text{ Error} = SC \text{ total} - SC \text{ (para todos los términos del modelo)} \quad \text{E. (3-12)}$$

$$SC \text{ Total} = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_m (y_{ijk}^2 - \bar{y} \dots)^2 \quad \text{E. (3-13)}$$

### 3.6.1.2 Grados de Libertad (GL)

Los grados de libertad para cada componente del modelo son:

$$1 - P(F \leq f_j) \quad \text{E. (3-14)}$$

**Cuadro III-6 Modelo de grado de libertad**

<b>Fuentes de Variación</b>	<b>GL</b>
Factor	$k_j - 1$
Covariables e interacciones entre covariables	1
Interacciones que implican factores	$(k_1 - 1) * (k_2 - 1) * ... * (k_m - 1)$
Regresión	p
Error	n-p-1
Total	n-1

**Fuente:** Minitab Statistical 22

**Donde:**

$k_j$ = número de niveles

$m$ = número de factores

$n$ = número de observaciones

$p$ = número de coeficientes en el modelo, sin contar la constante

### 3.6.2.3 Valor F

Los grados de libertad del numerador son  $r - 1$ . Los grados de libertad del denominador son  $nT - r$ .

**Donde:**

$nT$  = número total de observaciones

$r$ = número de niveles del factor

### 3.6.1.4 Valor P

El valor p es una probabilidad que se calcula a partir de una distribución F con los grados de libertad (GL) que se indican a continuación:

#### GL del numerador

Suma de los grados de libertad para el término o los términos en la prueba

#### GL del denominador

Grados de libertad para el error

#### Dónde:

$P(F \leq f_j)$  = función de distribución acumulada para la distribución F

f = estadístico F para la prueba

### 3.6.2 Coeficiente de correlación y determinación múltiple

$$R_{y/(X_1, X_2, \dots, X_k)} = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})(\hat{Y}_i - \bar{\hat{Y}})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2 \sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{\hat{Y}})^2}} \quad \text{E. (3-15)}$$

$$R_{y/(X_1, X_2, \dots, X_k)}^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2 - \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2} \quad \text{E. (3-16)}$$

$$R_{y/(X_1, X_2, \dots, X_k)}^2 = \frac{SC_{\text{total}} - SC_{\text{Error}}}{SC_{\text{Total}}} = \frac{SC_{\text{Modelo}}}{SC_{\text{Total}}} \quad \text{E. (3-17)}$$

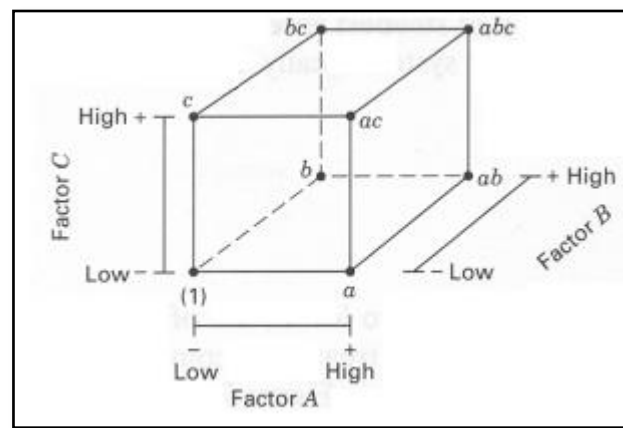
Donde r y  $r^2$  representan la correlación y determinación simple, mientras que R y  $R^2$  se utilizan para la correlación y determinación múltiple. Estos valores se utilizan como una medida de la variación explicada en un modelo de regresión, expresada en porcentaje.

Suponga que tres factores, A, B y C, cada uno con dos niveles, son de interés. Al diseño se le llama diseño factorial  $2^3$ , y en este caso la representación geométrica de las ocho combinaciones de tratamientos puede hacerse con un cubo. Utilizando la notación "+" y "-"

para representar los niveles alto y bajo de los factores, se le conoce en ocasiones como la matriz del diseño. Las combinaciones de los tratamientos en el orden estándar se escriben como, (1), a, b, ab, c, ac, bc y abc.

Hay siete grados de libertad entre las ocho combinaciones de tratamientos del diseño  $2^3$ . Tres grados de libertad se asocian con los efectos principales de A, B y C. Cuatro grados de libertad se asocian con las interacciones; uno con cada una de las interacciones AB, AC y BC y uno con la interacción ABC.

**Figura III-1 Gráfica de cubos del diseño factorial  $2^3$**



**Fuente:** (Montgomery, 1997)

### 3.6.3 Codificación

Para representar los niveles de un factor es importante “pasar” los valores originales a + o -, así como en la interpretación o toma de decisiones regresar de esta notación a las unidades originales. Para lo cual se utiliza la siguiente expresión.

$$X_i^* = \frac{2X_i - (X_{\text{BAJO}} + X_{\text{ALTO}})}{X_{\text{ALTO}} - X_{\text{BAJO}}} \quad \text{E. (3-18)}$$

Donde  $X_i$  es el valor a codificar, mientras que  $X_{\text{alto}}$  y  $X_{\text{bajo}}$ , corresponden a los valores del factor que se desea codificar, aquí  $X^*$  corresponde al valor codificado (-1 o +1), para regresar de unidades codificadas a valores originales se debe despejar, de esta misma expresión, el valor de  $X_i$ .



### 3.6.4. Coeficientes del modelo

Estos valores conducen a los coeficientes del polinomio de ajuste:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3 \quad \text{E. (3-19)}$$

### 3.6.5. Diseño del modelo

La suma de cuadrados, en un diseño  $2^3$ , se obtiene mediante el cálculo de los siguientes contrastes. Cuya notación donde n es el número de repeticiones, con n mayor o igual a 1.

$$A = \frac{1}{4n} [a - (1) + ab - b + ac - c + abc - bc] \quad \text{Ec. (3-20)}$$

$$B = \frac{1}{4n} [b + ab + bc + abc - (1) - a - c - ac] \quad \text{Ec. (3-21)}$$

$$C = \frac{1}{4n} [c + ac + bc + abc - (1) - a - b - ab] \quad \text{Ec. (3-22)}$$

$$AB = \frac{1}{4n} [abc - bc + ab - b - ac + c - a + (1)] = \frac{abc+ab+c+(1)}{4n} - \frac{bc+b+ac+a}{4n} \quad \text{Ec. (3-23)}$$

Se representa la interacción AB de esta forma permite ver que esta es la diferencia de los promedios entre las corridas de dos planos diagonales del cubo.

$$AC = \frac{1}{4n} [(1) - a + b - ab - c + ac - bc + abc] \quad \text{Ec. (3-24)}$$

$$BC = \frac{1}{4n} [(1) + a - b - ab - c - ac + bc + abc] \quad \text{Ec. (3-25)}$$

$$ABC = \frac{1}{4n} [abc - bc - ac + c - ab + b + a - (1)] \quad \text{E. (3-26)}$$

Después de calcular los contrastes, la suma de cuadrados se obtiene por la ecuación:  $(\text{Contraste})^2/8n$ , por ejemplo, la suma de cuadrados de A se obtiene al elevar al cuadrado el resultado del contraste y dividir entre  $8n$ . Es importante notar que cada factor o interacción presenta sólo un grado de libertad y que los grados de libertad del error es la resta de los grados de libertad total menos la suma de todos los demás grados de libertad.

Con esta información, el siguiente paso consiste en elaborar la tabla de Análisis de Varianza.

### 3.6.6. Usando las sumas de cuadrados

La suma de cuadrados es útil para obtener las siguientes medidas:

$$F_0 = \frac{\text{Cuadrado medio Modelo}}{\text{Cuadrado medio Error}} \quad \text{E. (3-27)}$$

Para probar la hipótesis:

$$H_0: \beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = \beta_{12} = \beta_{13} = \beta_{23} = \beta_{123} = 0 \text{ (No hay modelo)} \quad \text{E. (3-28)}$$

$$H_a: \text{Al menos una beta diferente de cero (Si hay modelo)}$$

$$R^2 = \frac{\text{Suma Cuadrados Modelo}}{\text{Suma Cuadrados Total}} \quad \text{E. (3-29)}$$

El error estándar de cada coeficiente de regresión, está definido por la expresión:

$$e. e(\hat{\beta}) = \sqrt{V(\hat{\beta})} = \sqrt{\frac{\text{Cuadrado medio del Error}}{n2^k}} \quad \text{E. (3-30)}$$

El diseño factorial del presente estudio para la extracción experimental de pectina a partir de la cáscara de naranja pertenece al modelo  $2^k$ , donde k corresponde al número de factores que intervienen en el proceso y 2 son los niveles.

### 3.7 Matriz de diseño

La matriz de diseño es la relación que define el valor que deben tomar los factores de cada uno de los experimentos. En este tipo de diseño, ninguna de las corridas se repite y se incluyen todas las posibles combinaciones. La matriz de diseño en orden estándar se muestra en el siguiente cuadro:

**Cuadro III-7 Matriz de diseño en orden estándar**

Experimento	Factor A	Factor B	Factor C	Identificación
1	-	-	-	(1)
2	+	-	-	a
3	-	+	-	b
4	+	+	-	ab
5	-	-	+	c
6	+	-	+	ac
7	-	+	+	bc
8	+	+	+	abc

**Fuente:** (Montgomery, 1997)

Existen varios factores que pueden afectar en mayor o menor proporción al proceso de obtención de pectina, entre ellos se encuentran: temperatura de hidrólisis, pH, tiempo que puede condicionar o afectar el rendimiento del proceso y sus características fisicoquímicas del producto. Respecto al *Cuadro III-3 Variables Independientes* se nombrará a las variables de la siguiente manera.

**Cuadro III-8 Codificación de variables**

FACTORES	NIVELES	
	Mínimo	Máximo
A= Temperatura (°C)	-	+
B= pH	-	+
C= Tiempo (min)	-	+

**Fuente:** Elaboración propia

### 3.7.1 Matriz de experimentos para el diseño factorial completo $2^3$

Para conocer los efectos de un factor se varía los extremos de su dominio experimental realizando cada posible combinación de los valores de los factores. En total se pueden realizar ocho combinaciones posibles todas están contempladas en el siguiente cuadro:

**Cuadro III-9 Matriz de experimentos para la extracción experimental de pectina**

Prueba	Matriz de Experimentos			Plan de experimentación		
	A	B	C	Temperatura (°C)	pH (H <sup>+</sup> )	Tiempo (min)
1	-	-	-	60	1.5	40
2	+	-	-	85	1.5	40
3	-	+	-	60	3	40
4	+	+	-	85	3	40
5	-	-	+	60	1.5	60
6	+	-	+	85	1.5	60
7	-	+	+	60	3	60
8	+	+	+	85	3	60

**Fuente:** Elaboración propia

A partir de este punto, se realizó una codificación a las muestras para la extracción experimental de pectina a partir de cáscara de naranja (*citrus sinensis*).

**Cuadro III-10 Codificación el proceso de extracción de pectina**

<b>Muestra</b>	<b>Factor A</b>	<b>Factor B</b>	<b>Factor C</b>	<b>Respuesta</b>
M1	85	1.5	40	X <sub>1</sub>
M2	85	1.5	60	X <sub>2</sub>
M3	60	1.5	40	X <sub>3</sub>
M4	60	1.5	60	X <sub>4</sub>
M5	85	3.0	40	X <sub>5</sub>
M6	85	3.0	60	X <sub>6</sub>
M7	60	3.0	40	X <sub>7</sub>
M8	60	3.0	60	X <sub>8</sub>

**Fuente:** Elaboración propia

### **3.8 Equipos, materiales y reactivos necesarios para el proceso**

#### **3.8.1 Equipo a utilizar**

Los equipos empleados durante el desarrollo de la parte experimental se mencionan a continuación, además de sus especificaciones en el (*Anexo 3*).

- Balanza analítica de 0.1 mg de precisión.
- Calentador-agitador magnético.
- pH-metro.
- Estufa de secado.
- Bomba de vacío.

#### **3.8.2 Materiales**

Los materiales que se usarán para el proceso de extracción de pectina serán solicitados en calidad de préstamo del Laboratorio de Química perteneciente a la Universidad Juan Misael Saracho. *Ver Anexo 4*

**Cuadro III-11 Descripción de los materiales requeridos**

<b>Material</b>	<b>Tipo</b>	<b>Capacidad/Tamaño</b>	<b>Cantidad</b>
Vasos de precipitado	Vidrio borosilicato	1 000 ml, 600 ml, 250 ml.	2/2/2
Probetas	Vidrio borosilicato	250ml,100 ml, 25 ml	1/2/2
Embudo Büchner	Plástico	Grande	1
Vidrio reloj	Vidrio pírex	Grande	2
Espátula	Metal	Mediana	2
Matraz Erlenmeyer	Vidrio borosilicato	250 ml	6
Matraz Kitasato	Vidrio borosilicato	1000 ml	2
Caja Petri	Vidrio borosilicato	100 mm	4
Varilla	Vidrio pírex	Mediano	2
Mortero	Porcelana	Mediano	1
Cuchillo	Acero inoxidable	Mediano	1
Bureta	Vidrio borosilicato	50 ml	1
Termómetro	-----	-10 a 100 °C	1
Papel filtro	-----	Pequeño, mediano	50
Frasco lavador	Plástico	1 000 ml	1
Soporte universal	-----	-----	1

**Fuente:** Elaboración propia

### **3.8.3. Reactivos empleados**

Los reactivos que se emplearon para la extracción experimental de pectina son los siguientes:

- Ácido clorhídrico 1 N.
- Etanol al 96 %.
- Agua destilada.

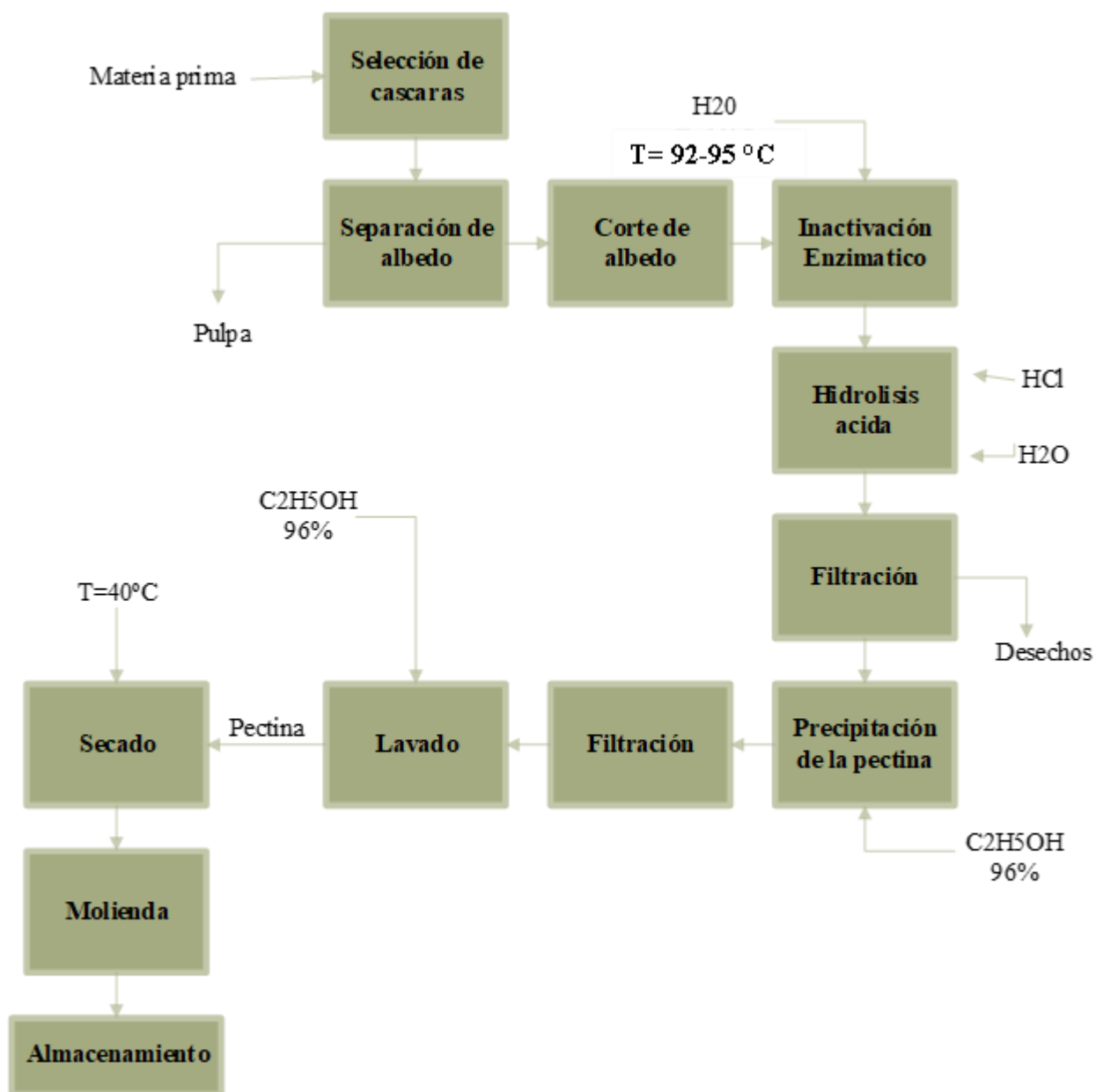
Los reactivos que se emplearon para la caracterización fisicoquímica de la pectina son los siguientes:

- Indicador rojo de fenol.
- Hidróxido de sodio 0.25 N.
- Hidróxido de sodio 0.1 N.
- Ácido clorhídrico 0.25 N.

### **3.9. Descripción del proceso experimental seleccionado**

El proceso que se utilizó para la extracción experimental de pectina de cáscara de naranja por el método de hidrólisis ácida convencional se muestra en la siguiente figura:

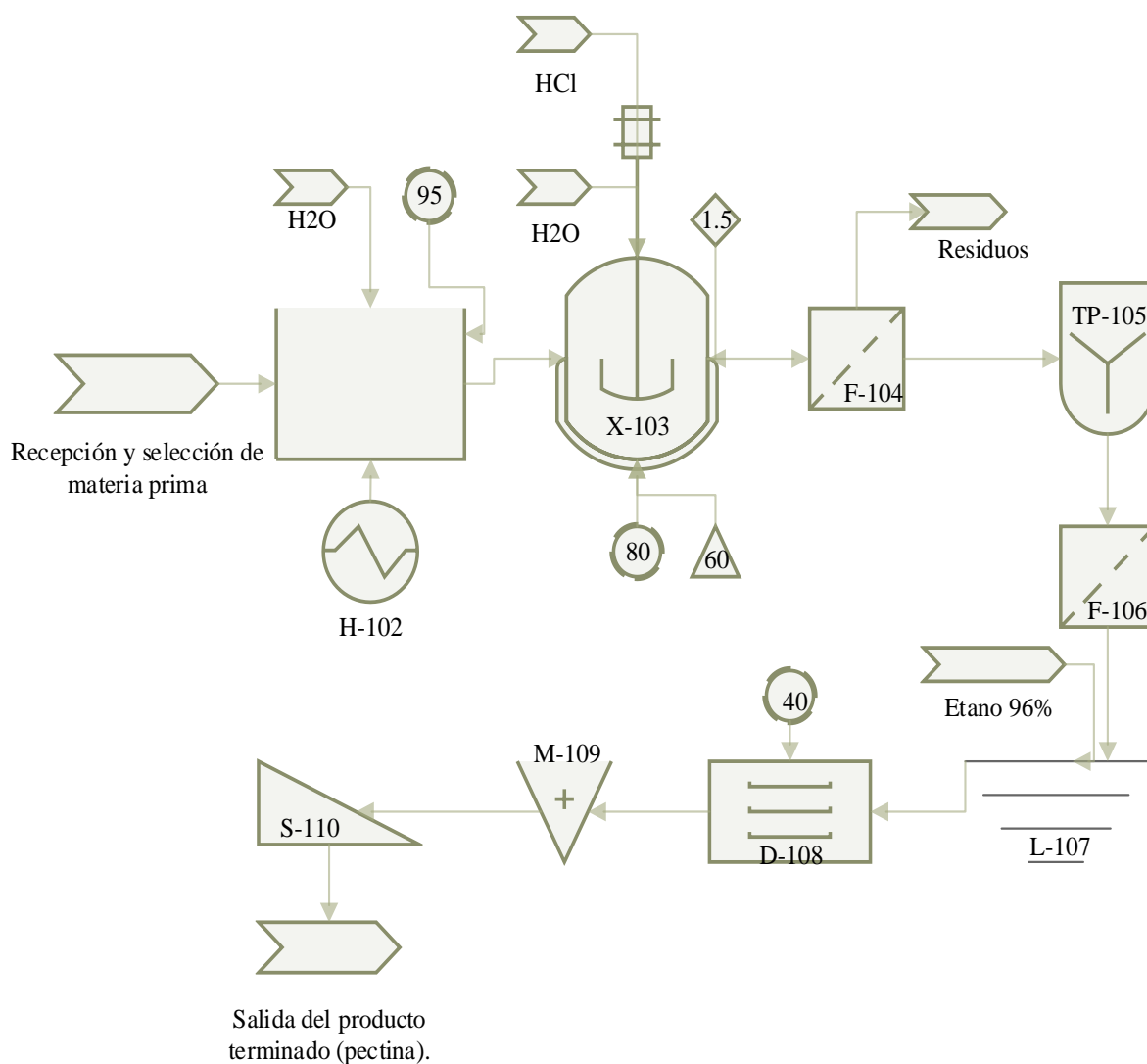
**Figura III-2 Diagrama de bloques del proceso de extracción de pectina**



**Fuente:** Elaboración propia



**Figura III-3 Diagrama de flujo del proceso de extracción de pectina cítrica**



**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro III-12 Simbología del diagrama de flujo**

V-101	H-102	X-103	F-104	TP-105
<b>Recipiente para Inactivación Enzimática</b>	<b>Calentador</b>	<b>Hidrólisis</b>	<b>Filtración</b>	<b>Precipitación</b>
F-106	L-107	D-108	M-109	S-110
<b>Filtración</b>	<b>Recipiente de lavado</b>	<b>Secador</b>	<b>Trituradora</b>	<b>Tamizado</b>

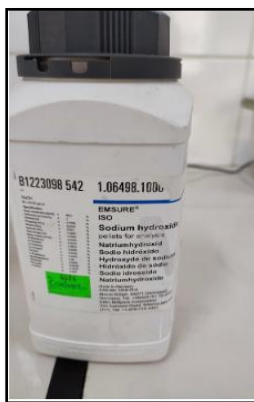
**Fuente:** Elaboración propia

### 3.10 Preparación de reactivos

- Hidróxido de sodio NaOH 0.1N y 0.25 N

La preparación de las soluciones de NaOH 0.1 y 0.25 N se usó Hidróxido de Sodio Q.P. (Químicamente Puro) sólido al 99%

**Figura III-4 Hidróxido de sodio**



**Fuente:** Elaboración propia

- Hidróxido de sodio 0.1N

Se pesaron 4 gramos de hidróxido de Sodio Q.P. sólido y se diluyeron en 1 litro de Agua destilada.

**Figura III-5 Hidróxido de sodio al 0.1N**



**Fuente:** Elaboración propia

- Hidróxido de sodio 0.25N

Se pesaron 10 gramos de hidróxido de Sodio Q.P. Sólido y se diluyeron en 1 litro de Agua destilada.

**Figura III-6 Hidróxido de sodio al 0,25N**



**Fuente:** Elaboración propia

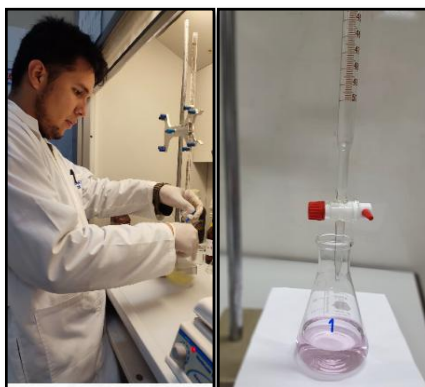
- Estandarización de Hidróxido de Sodio 0.1N

La estandarización de NaOH 0.1N se utilizó el método mencionado en la guía de estandarización de soluciones (T610 sp-97), aprobado por el Comité de Propiedades químicas de la División de Calidad de Procesos y Productos.

Secar unos pocos gramos de Ftalato Acido de Potasio ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}$ ) a  $120^\circ\text{C}$  durante 2 horas. Enfriar en un desecador y pesar al 0,1 mg más cercano una cantidad suficiente para dar una valoración de aproximadamente 40 ml. Para la estandarización de 0.1N solución, use 0.82 g. Disolver el ftalato en 50 ml de agua destilada, añadir 2-3 gotas de indicador de fenolftaleína y valorar con la solución de hidróxido hasta la primera aparición de color rojo.

$$N_{\text{NaOH}} = (\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}, \text{ g}) / (0,20422 \times \text{titulación, ml}) \quad \text{Ec. (3-31)}$$

**Figura III-7 Estandarización del Hidróxido al 0,1N**



**Fuente:** Elaboración propia

### **3.11 Descripción de la materia prima**

La materia prima que se utilizó en el presente proyecto de investigación, es la cáscara de Naranja (*Citrus Sinensis*) procedente de la provincia Arce del departamento de Tarija.

#### **Recepción de materia prima**

La recepción de la materia prima se obtuvo directamente de los productores de Naranja del departamento de Tarija.

La procedencia de la materia prima es de la comunidad de Emborozú, municipio de Bermejo perteneciente al departamento de Tarija.

#### **Selección y lavado de materia prima**

Para la selección del fruto se tiene en cuenta criterios como el costo del fruto, tamaño y madurez. La selección de la Naranja se realizó para escoger aquellas que se encuentran en buen estado sin presentar signos de descomposición, daño o alteración.

El proceso de lavado se realizó para eliminar algunas impurezas que pueden estar presentes en el fruto, y se realiza utilizando agua potable.

**Figura III-8 Lavado de naranja (citrus Sinensis)**



**Fuente:** Elaboración propia

### **Separación del albedo**

Una vez seleccionadas las naranjas que presentan un estado óptimo, se separó manualmente el flavedo y luego se separó la pulpa restante del albedo, que es la parte blanca entre la cáscara y la pulpa como se muestra en la fotografía:

**Figura III-9 Separación de albedo**



**Fuente:** Elaboración propia

### **Pesado del albedo**

Una vez separado el albedo de la pulpa se procedió a tarar la balanza y luego se pesó 100 g del albedo como se muestra en la siguiente fotografía:

**Figura III-10 Pesado de albedo**

**Fuente:** Elaboración propia

### **Cortado del albedo**

Para aumentar el área superficial de contacto se redujo el tamaño de los pedazos del albedo resultante en trozos pequeños, que se usó en el proceso de extracción como se muestra en la fotografía.

**Figura III-11 Cortado del albedo**

**Fuente:** Elaboración propia

### **Inactivación enzimática**

Con el propósito de hacer más eficiente el proceso de extracción es necesario inactivar las enzimas pécticas, para ello, se sumergió la cáscara de naranja (albedo) en agua destilada, con concentraciones de 100 g de cáscara por 400 ml de agua (1:4) y se calentó hasta ebullición (92 – 95 °C) durante 20 min. Esto contribuye a eliminar suciedades o microorganismos presentes en la cáscara. Al finalizar esta etapa se decantó el agua de la materia prima.

La inactivación enzimática es una operación crítica en el proceso de acondicionamiento de la materia prima. Se realiza con la finalidad de inactivar las enzimas pectinesterasas que catalizan la reacción de des metoxilación formando metanol y pectinas de menor metoxilo.

**Figura III-12 Inactivación enzimática**



**Fuente:** Elaboración propia

### **Hidrólisis ácida**

En un vaso de precipitado de 1 000 ml se agregó la misma cantidad de agua usada en la etapa de inactivación enzimática y para hidrolizar la protopectina se añadió ácido clorhídrico HCl 1 N hasta obtener un pH de 1.5 y 3.0, el cual se midió usando un pH-metro como se muestra en la siguiente fotografía:

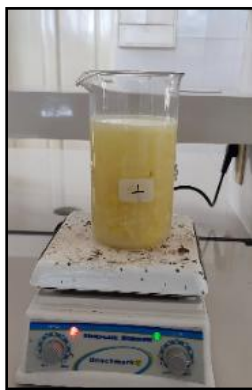
**Figura III-13 Hidrólisis Ácida ajustando el pH**



**Fuente:** Elaboración propia

A esta solución se le agregó la cáscara de naranja, luego se sometió a un calentamiento en un calentador-agitador magnético hasta alcanzar la temperatura de proceso: 60 – 85 °C, que debe mantenerse constante y un tiempo de hidrólisis (40 - 60 min).

**Figura III-14 Etapa de la hidrólisis ácida**



**Fuente:** Elaboración propia

Al terminar el tiempo de hidrólisis, la mezcla se enfrió a 25 °C utilizando agua fría en un recipiente para evitar la degradación térmica de la pectina.

#### **Primera filtración**

Una vez finalizado la etapa de hidrólisis ácida, se filtró la solución con la ayuda de papel de filtro, se realiza utilizando un Kitasato con un embudo Büchner conectado a una bomba de vacío.

**Figura III-15 Filtrado al vacío de la solución hidrolizada**



**Fuente:** Elaboración propia



Se filtra para separar el material sólido (albedo) de la solución hidrolizada (fase líquida) que contiene la pectina extraída.

**Figura III-16 Solución hidrolizada filtrada**



**Fuente:** Elaboración propia

### **Precipitación**

Se precipitó la solución hidrolizada con etanol ( $C_2H_5OH$ ) al 96 %, se usó un volumen de alcohol equivalente al 80 % de la solución que se va a precipitar. Al añadir el  $C_2H_5OH$  se empieza a formar el precipitado gradualmente en la solución. Se dejó reposar la solución durante 15 – 19 h a temperatura ambiente.

**Figura III-17 Precipitación de pectina con etanol**

**Fuente:** Elaboración propia



### Segunda filtración y lavado

Se filtró la solución precipitada con la ayuda de un matraz Kitasato con un embudo Büchner conectado a una bomba de vacío.

Se procedió al lavado de la pectina con  $C_2H_5OH$  al 96 % para mejorar el aspecto final de la pectina ya que esto permite separar las sustancias de las cenizas, los colorantes y otras sustancias amargas.

**Figura III-18 Filtrado y lavado de la pectina obtenida**

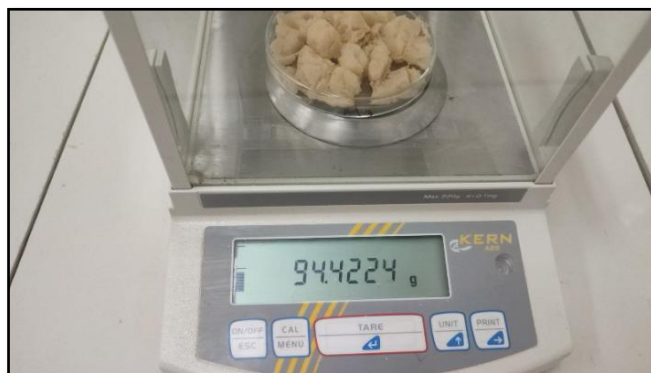


**Fuente:** Elaboración propia

### Pesado de pectina húmeda

Se procedió a pesar la pectina húmeda extraída de la cáscara de naranja como se muestra a continuación:

**Figura III-19 Pesado de la pectina húmeda**



**Fuente:** Elaboración propia

## Secado

El proceso de secado de la pectina húmeda se realizó en un secador de bandeja a una temperatura constante aproximadamente de  $40 \pm 2$  °C, al secar se observó que el color de la pectina se oscurece.

**Figura III-20 Secado de la pectina**



**Fuente:** Elaboración propia

## Molienda de la pectina

Para reducir el tamaño se empleó un mortero para triturar la pectina seca y así obtener un producto en polvo fino con una mejor apariencia.

**Figura III-21 Molienda de la pectina**



**Fuente:** Elaboración propia

### Tamizado

Para homogenizar el tamaño del polvo de pectina obtenido se colocó en un tamizador de diferente abertura de malla. La pectina debe pasar a través de la malla N°70 (ASTM), y así obtener un producto homogenizado.

**Figura III-22 Tamizado de la pectina**

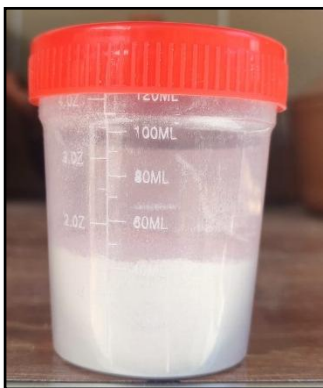


**Fuente:** Elaboración propia

### Almacenamiento

La pectina molida y tamizada se pesó, y se almacenó en frasco esterilizado en un lugar seco a una temperatura de 20 – 22 °C para evitar la contaminación y modificaciones en su apariencia y en su calidad. Luego se realizó la caracterización fisicoquímica del producto obtenido.

**Figura III-23 Envasado de pectina**



**Fuente:** Elaboración propia

### 3.12 Descripción y caracterización fisicoquímica de la pectina extraída

#### 3.12.1 Determinación del peso equivalente y acidez libre

Se pesó 0.5 g de la pectina obtenida y se lo colocó en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, se agregó 5 ml de  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  al 96 %, luego se agregó 100 ml de agua destilada y se añadió a la solución 6 gotas de indicador de rojo de fenol y se titula con  $\text{NaOH}$  0.1 N hasta un cambio de color amarillo a rojo.

**Figura III-24 Determinación del peso equivalente y acidez libre**



**Fuente:** Elaboración propia

#### 3.12.2 Determinación de porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y ácido anhídrido galacturónico

Se pesó 0.5 g de la pectina obtenida y se lo colocó en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, se agregó 5 ml de  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  al 96 %, luego se agregó 100 ml de agua destilada, se adicionó 25 ml de  $\text{NaOH}$  0.25 N y se dejó reposar durante 30 min a temperatura ambiente para posteriormente añadir 25 ml de  $\text{HCl}$  0.25 N y se titula el exceso de  $\text{HCl}$  con  $\text{NaOH}$  0.1 N hasta un cambio de color amarillo a rojo.

**Figura III-25 Determinación de porcentaje**



**Fuente:** Elaboración

# **CAPÍTULO IV**

## **RESULTADOS Y DISCUSIONES**

## 4.1 Presentación de los resultados de producto extraído

### 4.1.1 Resultados de rendimiento del proceso

De acuerdo al diseño factorial, se procedió a extraer la pectina de la cáscara de Naranja con 100 g de materia prima, a una temperatura de 60 - 85 °C, con un pH de 1.5 - 3.0 y con un tiempo de hidrólisis de 40 - 60 min. A los experimentos realizados se determinó el porcentaje de rendimiento y con estos resultados se determinaron los parámetros óptimos para el proceso de extracción.

El rendimiento del proceso de extracción de pectina a partir de la cáscara de naranja puede evaluarse considerando varios aspectos:

1. **Cantidad de pectina obtenida:** Se mide en términos de la cantidad de pectina extraída por unidad de cáscara de naranja utilizada. Un rendimiento alto implica obtener una cantidad significativa de pectina por cada kilogramo o tonelada de cáscara de naranja procesada.
2. **Grado de pureza:** Se refiere a la calidad y pureza del producto final. Una pectina más pura tendrá un mayor valor en el mercado y será más versátil para su uso en diversas industrias.
3. **Características fisicoquímicas:** Se evalúan propiedades como el contenido de sólidos, el pH y otros parámetros que determinan la calidad y funcionalidad de la pectina.
4. **Eficiencia del proceso:** Se considera la eficacia del método de extracción en términos de tiempo, energía y costos involucrados. Un proceso eficiente minimiza la pérdida de pectina y maximiza la producción con el menor consumo de recursos.

Basándonos en la relación entre la cantidad de pectina extraída como producto final y la cantidad de materia prima utilizada para la extracción, presentamos el siguiente cuadro:

Cuadro IV- 1 Resultado de Rendimiento

Rendimiento									
pH	Muestra	Temperatura (°C)	tiempo (min)	Materia prima (gramos)	Replica 1 PECTINA (gramos)	Replica 2 PECTINA (gramos)	Replica 1 Rendimiento%	Replica 2 Rendimiento %	Promedio Rendimiento %
1.5	M1	85	40	100	4.5814	4.5960	4.5814	4.5960	4.5887
	M2	85	60	100	6.0919	5.9257	6.0919	5.9257	6.0088
	M3	60	40	100	3.0841	3.1304	3.0841	3.1304	3.1073
	M4	60	60	100	3.7451	3.4304	3.7451	3.4304	3.5878
pH	Muestra	Temperatura (°C)	tiempo (min)	Materia prima (gramos)	Replica 1 PECTINA (gramos)	Replica 2 PECTINA (gramos)	Replica 1 Rendimiento%	Replica 2 Rendimiento %	Promedio Rendimiento %
3.0	M5	85	40	100	2.6615	2.7815	2.6615	2.7815	2.7215
	M6	85	60	100	2.9925	2.7061	2.9925	2.7061	2.8493
	M7	60	40	100	1.9397	2.0061	1.9397	2.0061	1.9729
	M8	60	60	100	1.7866	1.8010	1.7866	1.8010	1.7938

Fuente: Elaboración propia



Según los datos, la mejor muestra obtenida es:

Muestra N.º M2:

- Temperatura = 85°C
- pH = 1.5
- Tiempo = 60 min
- Rendimiento = 6.0919 %

#### 4.2.2 Resultados de análisis fisicoquímicos

Se realizarán los análisis fisicoquímicos a la pectina de la muestra M2, con la finalidad de determinar sus propiedades físicas, siendo analizado por el Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo (CEANID) perteneciente a la UAJMS, a continuación, presentamos un detalle de los parámetros fisicoquímicos y de los resultados obtenidos.

**Cuadro IV-2 Parámetros de análisis fisicoquímicos**

Parámetro	Unidad	Técnica	Método
Ceniza	%	Gravimetría	NB 39034:10
Humedad	%	Gravimetría	NB 313010:05
Sólidos Solubles	°Brix	Refractometría	NB 38028:06
pH	-	Potenciometría	NB 36003:02

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro IV-3 Resultados de análisis fisicoquímicos**

Parámetros	Unidad	Resultados
Ceniza	%	1.03
Humedad	%	4.56
Sólidos Solubles	°Brix	62.5
pH	-	3.56

**Fuente:** Elaboración propia

## Interpretación

Los parámetros analizados para la pectina de la cascara de naranja (muestra n°M2) se encuentran dentro del rango aceptable. (Ver Anexo 2)

### 4.2.3 Resultados de acidez libre y peso equivalente

La acidez libre y el peso equivalente son dos medidas importantes que proporcionan información sobre la acidez y la capacidad de verificación de la pectina. Estos datos son fundamentales para determinar su idoneidad alimentaria y para ajustar su uso en formulaciones de productos. Se realizó tres repeticiones, en el cual se gastó en promedio 0.3006 Miliequivalentes NaOH gastados

**Cuadro IV-4 Resultado de acidez libre y peso equivalente**

<b>Muestra N° 2</b>	<b>Miliequivalentes NaOH gastados</b>	<b>Acidez libre (meq/g)</b>	<b>Peso equivalente (mg /meq)</b>
Réplica 1	0.2941	0.5883	1699.7620
Réplica 2	0.3039	0.6068	1647.9105
Réplica 3	0.3039	0.6067	1648.2396
Promedio	0.3006	0.6006	1665.3040

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro IV-5 Comparación de la pectina extraída con otros autores**

<b>Parámetros</b>	<b>Pectina extraída</b>	<b>Pectina por Suarez y Orozco</b>	<b>Pectina por Benítez</b>
Acidez libre (meq /g)	0.6006	0.426	0.827
Peso equivalente (mg/meq)	1665.3040	2 334.84	1 209.832

**Fuente:** Elaboración propia

#### 4.2.4 Resultados del porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y ácido anhídrido galacturónico

Estos parámetros son importantes al evaluar la calidad y las propiedades de la pectina, por lo tanto, para la determinación del porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y ácido anhídrido galacturónico se realizó tres ensayos, en el cual se gastó un promedio 1.817 miliequivalentes de NaOH

**Cuadro IV-6 Resultados del análisis de porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y ácido anhídrido galacturónico**

Muestra N.º	Miliequivalentes NaOH gastados	Contenido de metoxilo (%)	Grado de esterificación (%)	Ácido anhídrido galacturónico (%)
Réplica 1	1.3822	8.5525	82.4554	58.8762
Réplica 2	1.3920	8.6115	82.0803	59.5646
Réplica 3	1.3822	8.5628	81.9762	59.3033
Promedio	1.3855	8.5756	82.1706	59.2480

**Fuente:** Elaboración propia

#### Interpretación

- %Metoxilo: 8.5756 %
- %Grado de esterificación: 82.1706 %
- %Ácido anhídrido galacturónico: 59.2480 %

**Cuadro IV-7 Comparación de la pectina extraída con otros autores**

Parámetros	Pectina extraída	Pectina por Suarez y Orozco	Pectina por Benítez
Metoxilo (%)	8.5756	3.4000	11.2630
Grado de esterificación (%)	82.1706	26.8400	81.343
Ácido anhídrido galacturónico (%)	59.2480	71.8800	71.880

**Fuente:** Elaboración propia

### 4.3 Comparación entre la pectina extraída y la pectina estándar

**Cuadro IV-8 Comparación de análisis fisicoquímicos de la pectina extraída**

Componente	Unidad	Especificación (Pectina estándar)	Pectina extraída
pH	H <sup>+</sup>	2.8 - 3.60	3.56
Humedad	% masa	8.51 ± 1.95	4.56
Cenizas	% masa	3.77 ± 3.39	1.03
Sólidos solubles	°Brix	55-85	62.5
Acidez libre	meq/g	0.78 ± 0.46	0.6006
Peso equivalente	mg/meq	1 775.46 ± 1 143.78	1 665.3040
Contenido de metoxilo	%	6.93 ± 3.22	8.5756
Grado de esterificación	%	74.71 ± 3.32	82.1706
Ácido anhídrido galacturónico	%	68.29 ± 13.39	59.2480

**Fuente:** Elaboración propia

### Interpretación de resultados

En correspondencia al Cuadro IV-8, en los valores fisicoquímicos adquiridos de la pectina extraída nos arroja resultados que se ubican dentro del rango aceptable de la pectina referencial.

Entre los valores más sobresalientes tenemos que, el contenido del metoxilo de la pectina se encuentra en un rango bastante bueno para el producto. El valor obtenido del grado de esterificación se clasifica como “pectina de alto metoxilo” ya que este se encuentra por encima del rango establecido de la pectina referencial. Respecto al grado de ácido anhídrido galacturónico que se considera como uno de los parámetros más importantes para determinar su calidad (pureza), se obtuvo una pureza aceptable con una baja cantidad de impurezas.

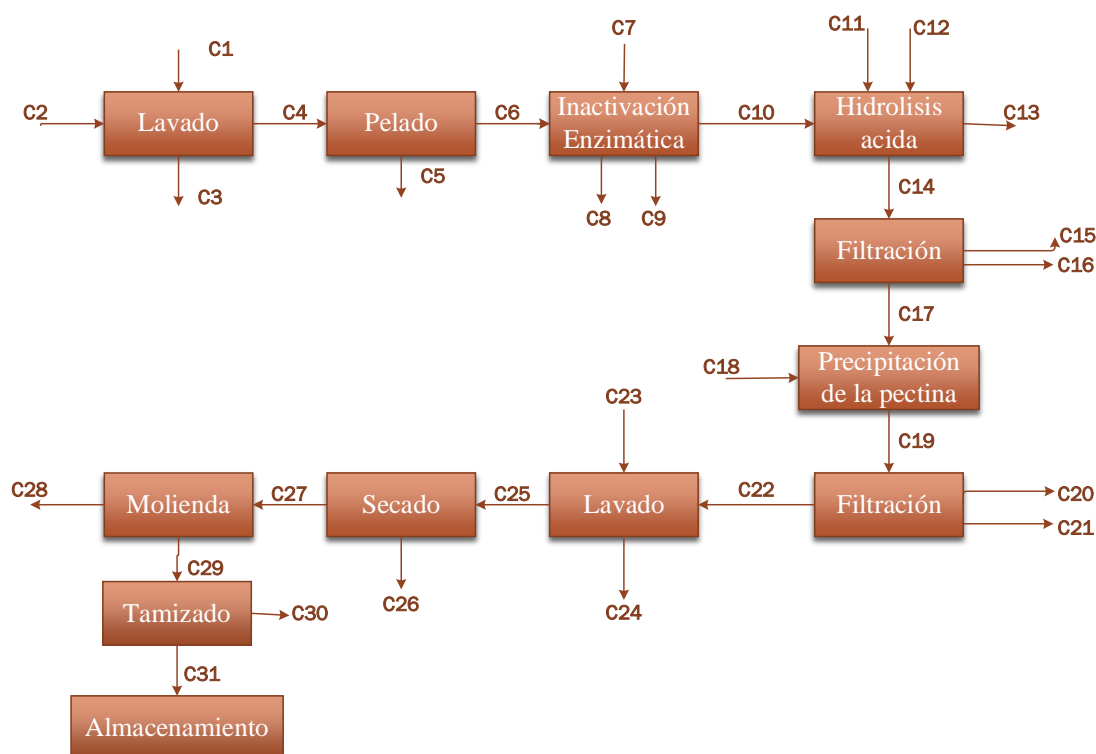
#### 4.4 Balance de materia para el proceso de extracción

El balance de materia para el proceso de extracción de pectina cítrica implica seguir el flujo de los componentes clave a lo largo de todo el proceso. Al realizar el balance de materia, se puede evaluar la eficiencia del proceso, identificar pérdidas o ineficiencias, y optimizar para maximizar el rendimiento de la extracción de pectina.

Para el balance de materia se realizó en base a los datos obtenidos experimentalmente, el cual se realizó la extracción de pectina a partir de 100 g de cáscara de naranja. Para realizar el balance se utilizaron los parámetros con los cuales se obtuvo mayor rendimiento en la extracción de pectina: Temperatura de 85°C, pH de 1.5 y un tiempo de hidrólisis de 60 min.

**Figura IV-1 Balance de materia para la extracción de pectina**

**Fuente:** Elaboración propia



**Dónde:**

C son las corrientes másicas en gramos (gr).

**Cuadro IV-9 Especificaciones de las corrientes másicas del balance de materia**

<b>CORRIENTE</b>	<b>ESPECIFICACIÓN</b>
C <sub>1</sub>	Masa de Naranja
C <sub>2</sub>	Masa de H <sub>2</sub> O para lavado
C <sub>3</sub>	Masa de H <sub>2</sub> O residual e impurezas del lavado
C <sub>4</sub>	Masa de Naranja lavado
C <sub>5</sub>	Masa de pulpa y flavedo
C <sub>6</sub>	Masa de cáscara de Naranja (albedo)
C <sub>7</sub>	Masa de H <sub>2</sub> O para inactivación enzimática
C <sub>8</sub>	Masa de H <sub>2</sub> O residual de la inactivación enzimática
C <sub>9</sub>	Masa de H <sub>2</sub> O evaporada
C <sub>10</sub>	Masa de cáscara de Naranja inactivado
C <sub>11</sub>	Masa de HCl para hidrólisis ácida
C <sub>12</sub>	Masa de H <sub>2</sub> O para hidrólisis ácida
C <sub>13</sub>	Masa de solución evaporada
C <sub>14</sub>	Masa de solución hidrolizada
C <sub>15</sub>	Masa de bagazo de cáscara de Naranja purgado
C <sub>16</sub>	Masa de pérdida por filtración
C <sub>17</sub>	Masa de solución de pectina diluida
C <sub>17</sub>	Masa de C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH al 96% para precipitación
C <sub>19</sub>	Masa de (pectina húmeda y solución ácida residual)
C <sub>20</sub>	Masa de solución ácida residual
C <sub>21</sub>	Masa de pérdida por filtración
C <sub>22</sub>	Masa de pectina húmeda

*Continuación....*

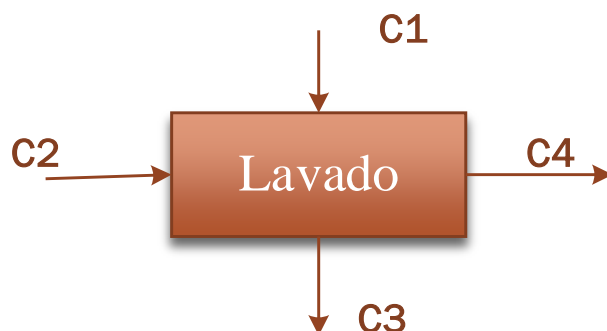
CORRIENTE	ESPECIFICACIÓN
C <sub>23</sub>	Masa de C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH al 96 % para lavado de pectina
C <sub>24</sub>	Masa de solución alcohólica residual
C <sub>25</sub>	Masa de pectina lavada
C <sub>26</sub>	Masa de agua evaporada
C <sub>27</sub>	Masa de pectina seca
C <sub>28</sub>	Masa de pectina pérdida en molienda
C <sub>29</sub>	Masa de pectina molida
C <sub>30</sub>	Masa de pectina pérdida en tamizado
C <sub>31</sub>	Masa de pectina extraída

**Fuente:** Elaboración propia

#### 4.4.1 Etapa de lavado

Se utilizaron 800gr de naranja como flujo de entrada de materia prima. En el lavado de la materia prima se utilizó 600 ml de agua, considerando el valor de la densidad como 1g/ml, podemos decir que se usó 600 g de agua para el lavado.

**Figura IV-2 Etapa de lavado**



**Fuente:** Elaboración propia

**Donde:**

C<sub>1</sub>= Masa de Naranja

$C_2$ = Masa de  $H_2O$  para lavado.

$C_3$ = Masa de  $H_2O$  residual e impurezas del lavado.

$C_4$ = Masa de Naranja lavada.

Los valores de las corrientes másicas son las siguientes:

$C_1$ = 800g

$C_2$ = 600 g

$C_4$ = 799.9281 g

Balance global:

$$C_1 + C_2 = C_3 + C_4 \quad \text{Ec. (4-1)}$$

$$C_3 = C_1 + C_2 - C_4 \quad \text{Ec. (4-2)}$$

$$C_3 = (800 + 600 - 799.9281) \text{ g}$$

$$\mathbf{C_3 = 600.0719 \text{ g}}$$

Determinación de la cantidad de impurezas I:

$$I = c_3 - c_2 \quad \text{Ec. (4-3)}$$

$$I = (600.0719 - 600) \text{ g}$$

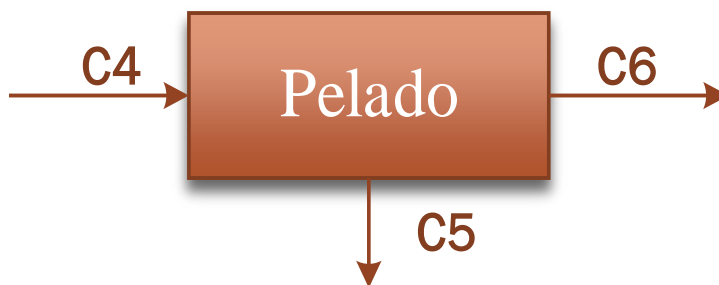
$$\mathbf{I = 0.0719 \text{ g}}$$

#### 4.4.2 Etapa de pelado

En esta etapa se procedió el pelado de la Naranja, con el objetivo de separar el albedo de la pulpa y flavedo. Posteriormente se realizó el pesado de la cáscara de Naranja (albedo):



Figura IV-3 Etapa de pelado



**Fuente:** Elaboración propia

**Donde:**

$C_4$ = Masa de Naranja lavado.

$C_5$ = Masa de pulpa y flavedo.

$C_6$ = Masa de cáscara de Naranja(albedo).

Los valores de las corrientes másicas son las siguientes:

$C_4$ = 799.9281 g

$C_6$ = 100 g

Balance global:  $C_4 = C_5 + C_6$  **Ec. (4-4)**

$C_5 = C_4 - C_6$  **Ec. (4-5)**

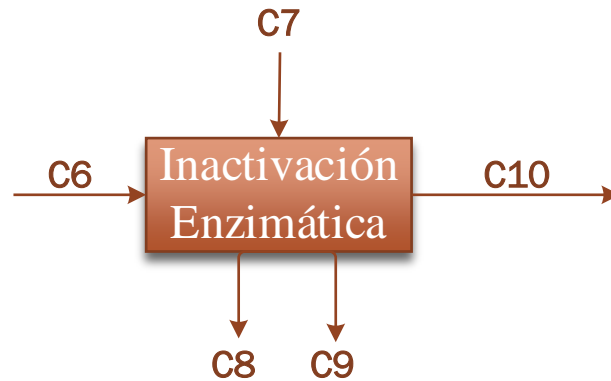
$C_5 = (799.9281 - 100) \text{ g}$

**$C_5 = 699.9281 \text{ g}$**

#### 4.4.3 Etapa de inactivación enzimática

Se utiliza una relación 1:4 para la inactivación de enzimas, es decir: 400 ml de agua destilada por 100 g de cáscara de Naranja (albedo). Se considera la densidad del agua destilada de 1 g/ml, por lo tanto, la masa del agua destilada es de 400 g.

**Figura IV-4 Etapa de inactivación enzimática**



**Fuente:** Elaboración propia

**Dónde:**

$C_6$ = Masa de cáscara de Naranja (albedo).

$C_7$ = Masa de  $H_2O$  para inactivación enzimática.

$C_8$ = Masa de  $H_2O$  residual de la inactivación enzimática.

$C_9$ = Masa de  $H_2O$  evaporada.

$C_{10}$ = Masa de cáscara de Naranja inactivado.

Los valores de las corrientes másicas son las siguientes:

$C_6$ = 100 g

$C_7$ = 400 g

$C_8$ = 310 g

$C_{10}$ = 150.8915 g

Balance global:

$$C_6 + C_7 = C_8 + C_9 + C_{10} \quad \text{E. (4-6)}$$

$$C_9 = C_6 + C_7 - C_{10} - C_8 \quad \text{Ec. (4-7)}$$

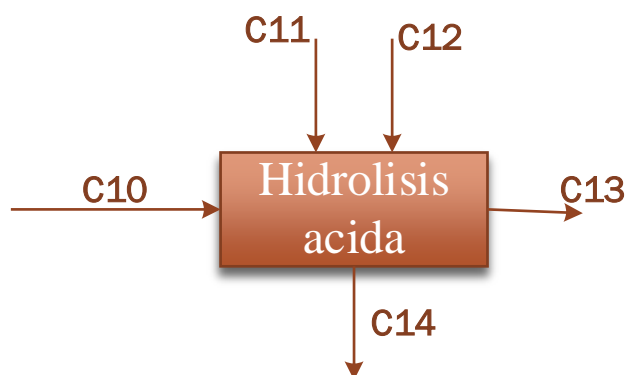
$$C_9 = (100 + 400 - 140.8915 - 310) \text{ g}$$

$$C_9 = 49.1085 \text{ g}$$

#### 4.4.4 Etapa de hidrólisis ácida

En esta etapa se seguirá utilizando la misma cantidad de destilada que se empleó en la etapa de inactivación de enzimas.

**Figura IV-5 Etapa de hidrólisis ácida**



**Fuente:** Elaboración propia

**Donde:**

$C_{10}$ = Masa de cascara de Naranja inactivado.

$C_{11}$ = Masa de HCl 1N para hidrólisis ácida.

$C_{12}$ = Masa de  $H_2O$  para hidrólisis ácida.

$C_{13}$ = Masa de solución evaporada.

$C_{14}$ = Masa de solución hidrolizada.

#### **Calculo para $C_{11}$ (Masa de HCl para hidrólisis ácida.)**

Primero se determina la cantidad de HCl 1N que necesitara para llevar  $C_{12}$  (Masa de  $H_2O$  para hidrólisis ácida.) a un pH de 1.5

**Datos:**

Solución N.º1 de HCl

Solución N.º2 de HCl

 $N_1=1N$  $N_2=?$  $V_1=?$  $V_2=400$  $pH \cong 0$  $pH = 1.5$ **Determinación de  $N_2$** **Ecuación de:**

$$pH = -\log_{10} H^+$$

$$pH = -\log_{10} N_2 \quad \text{Ec. (4-8)}$$

$$N_2 = 10^{-pH} \quad \text{Ec. (4-9)}$$

$$N_2 = 10^{-1.5}$$

$$N_2 = 0.0316N$$

Entonces:

$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2 \quad \text{Ec.(4-10)}$$

$$V_1 = \frac{N_2 * V_2}{N_1} \quad \text{Ec. (4-11)}$$

$$V_1 = \frac{0.0316N * 400ml}{1N}$$

$$V_1 = 12.64ml$$

$$V_1 = C_{11} = 12.64ml$$

Se agrega HCl 1N al agua destilada para ajustar el pH a 1.5, por lo cual se determina que la cantidad necesaria es de 12.64 ml de HCl 1N.

Para la determinación de la densidad del HCl 1N se realizó el siguiente calculo:

Partiendo de HCl concentrado 37% 12M con una densidad de 1.19 g/ml se preparó una disolución de 1000 ml de HCl 1N:

$$V_1 = \frac{N_2 * V_2}{N_1} \quad \text{Ec. (4-12)}$$

$$V_1 = \frac{1N * 1000ml}{12N}$$

$$V_1 = 83.3333ml$$

Una vez determinada la cantidad de volumen de HCl concentrado a utilizar procedemos al calcular la masa de HCl concentrado

$$\rho_{HCl} = \frac{m_{HCl}}{V_{HCl}} \quad \text{Ec. (4-13)}$$

$$m_{HCl} = \rho_{HCl} * V_{HCl} \quad \text{Ec. (4-14)}$$

$$m_{HCl \text{ conc.}} = 1.19 \frac{g}{ml} * 83.3333 \text{ ml}$$

$$m_{HCl \text{ conc.}} = 99.1666 \text{ g}$$

Conociendo el valor de masa de HCl concentrado determinamos la densidad de la solución de HCl 1N con la siguiente ecuación:

$$\rho_{HCl \text{ 1N}} = \frac{m_{\text{solute}} + m_{\text{disolvente}}}{V_{\text{disolucion}}} \quad \text{Ec. (4-15)}$$

Donde la masa de disolvente la obtenemos con la siguiente ecuación:

$$V_{\text{disolvente}} = V_{\text{disolucion}} - V_{\text{solute}} \quad \text{Ec. (4-16)}$$

$$V_{\text{disolvente}} = 1000 \text{ ml} - 83.3333 \text{ ml}$$

$$V_{\text{disolvente}} = 916.6667 \text{ ml}$$

Considerando la densidad del disolvente (H<sub>2</sub>O) 1g/ml

$$m_{disolvente} = 916.6667 \text{ g}$$

$$\rho_{HCl\ 1N} = \frac{99.1666 \text{ g} + 916.6667 \text{ g}}{1000 \text{ ml}}$$

$$\rho_{HCl\ 1N} = 1.0158 \text{ g/ml}$$

Con el dato de la densidad del HCl 1N determinamos C<sub>11</sub> (Masa de HCl para hidrólisis ácida.)

$$C_{11} = \rho_{HCl\ 1N} * V_{HCl\ 1N} \quad \text{Ec. (4-17)}$$

$$C_{11} = 1.0158 \frac{\text{g}}{\text{ml}} * 12.64 \text{ ml}$$

$$C_{11} = 12.97 \text{ g}$$

Los valores de las corrientes másicas obtenidos son las siguientes:

$$C_{10} = 150.8915 \text{ g}$$

$$C_{11} = 12.97 \text{ g}$$

$$C_{12} = 400 \text{ g}$$

$$C_{14} = 465.8631 \text{ g}$$

Balance global:

$$C_{10} + C_{11} + C_{12} = C_{13} + C_{14} \quad \text{Ec. (4-18)}$$

$$C_{13} = C_{10} + C_{11} + C_{12} - C_{14} \quad \text{Ec. (4-19)}$$

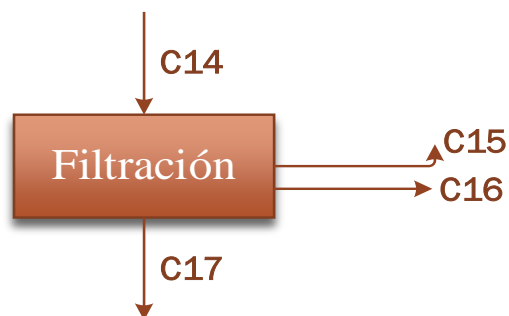
$$C_{13} = (150.8915 + 12.97 + 400 - 465.8631) \text{ g}$$

$$C_{13} = 97.9984 \text{ g}$$

#### 4.4.5 Etapa de primera filtración

Se realiza el proceso de filtrado bagazo de la cáscara de Naranja de la solución hidrolizada.

**Figura IV-6 Etapa de primera filtración**



**Fuente:** Elaboración propia.

**Donde:**

$C_{14}$ = Masa de solución hidrolizada.

$C_{15}$ = Masa de bagazo de cascara de Naranja purgado.

$C_{16}$ = Masa de pérdida por filtración.

$C_{17}$ = Masa de solución de pectina diluida.

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$C_{14}$ = 465.8631 g

$C_{15}$ = 114.5523 g

$C_{17}$ = 349.1540 g

Balance global:

$$C_{14} = C_{15} + C_{16} + C_{17} \quad \text{Ec. (4-20)}$$

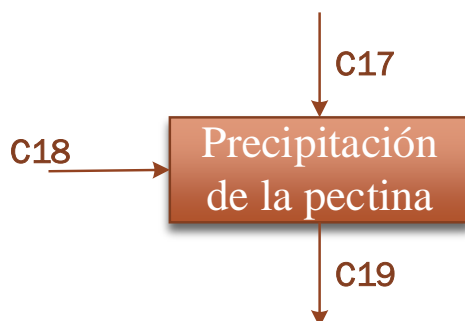
$$C_{16} = C_{14} - C_{15} - C_{17} \quad \text{Ec. (4-21)}$$

$$C_{16} = (465.8631 - 114.5523 - 349.1540)\text{g}$$

$$C_{16} = 4.1568 \text{ g}$$

#### 4.4.6 Etapa de precipitación

**Figura IV-7 Etapa de precipitación**



**Fuente:** Elaboración propia

**Dónde:**

**C<sub>17</sub>**= Masa de solución de pectina diluida.

**C<sub>18</sub>**= Masa de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH al 96 % para precipitación.

**C<sub>19</sub>**= Masa de pectina húmeda y solución ácida residual.

Se realizó la precipitación de la solución de pectina diluida con Etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) al 96 %. La cantidad de etanol a agregar es un 80 % del volumen obtenido de la solución de pectina diluida. Se determinó un volumen de 340 ml de la solución de pectina diluida, por lo tanto, se tiene un volumen del C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH de:

$$V_{C_2H_5OH} = V_{\text{solución}} * 0.8 \quad \text{Ec. (4-22)}$$

$$V_{C_2H_5OH} = 340 \text{ ml} * 0.8$$

$$V_{C_2H_5OH} = 272 \text{ ml}$$

Sabiendo que la densidad del Etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) al 96 % es de 0.806 g/ml. Por lo tanto, se determina la masa de Etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) al 96 % utilizado para la etapa de precipitación

$$\rho_{C_2H_5OH} = \frac{m_{C_2H_5OH}}{V_{C_2H_5OH}} \quad \text{Ec. (4-23)}$$



$$m_{C_2H_5OH} = \rho_{C_2H_5OH} * V_{C_2H_5OH} \quad \text{Ec. (4-24)}$$

$$m_{C_2H_5OH} = 0.806 \frac{\text{g}}{\text{ml}} * 272 \text{ ml}$$

$$m_{C_2H_5OH} = 219.2320 \text{ g}$$

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$$C_{17} = 349.1540 \text{ g}$$

$$C_{18} = 219.2320 \text{ g}$$

Balance global:

$$C_{17} + C_{18} = C_{19} \quad \text{Ec. (4-25)}$$

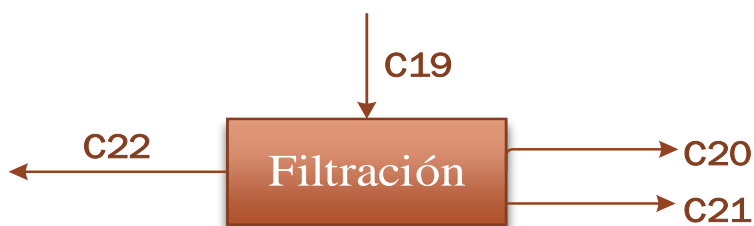
$$C_{19} = (349.1540 + 219.2320) \text{ g}$$

$$C_{19} = 568.9860 \text{ g}$$

#### 4.4.7 Etapa de segunda filtración

Mediante un proceso de filtración se separa la pectina húmeda de la solución ácida residual mediante.

**Figura IV-8 Etapa de segunda filtración**



**Fuente:** Elaboración propia.

**Dónde:**

$C_{19}$ = Masa de pectina húmeda y solución ácida residual.

$C_{20}$ = Masa de solución ácida residual.

$C_{21}$ = Masa de pérdida por filtración.

$C_{22}$ = Masa de pectina húmeda.

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$C_{19}$ = 568.9860 g

$C_{20}$ = 316.1712 g

$C_{22}$ = 251.1622 g

Balance global:

$$C_{19} = C_{20} + C_{21} + C_{22} \quad \text{Ec. (4-26)}$$

$$C_{21} = C_{19} - C_{20} - C_{22} \quad \text{Ec. (4-27)}$$

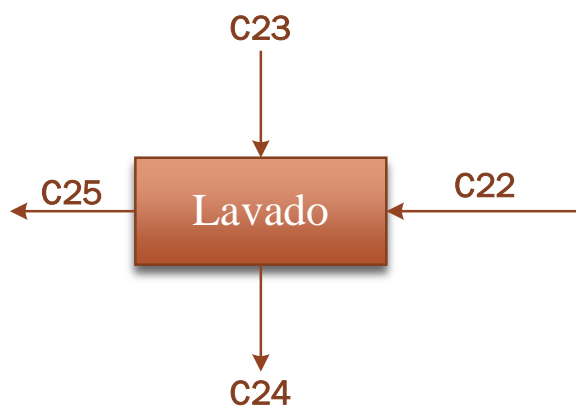
$$C_{21} = (568.9860 - 316.1712 - 251.1622) \text{ g}$$

$$C_{21} = 1.6526 \text{ g}$$

#### 4.4.8 Etapa de lavado

La pectina húmeda obtenida se procedió a eliminar las impurezas para obtener una mejor apariencia final de la pectina, se utilizó 200 g de  $C_2H_5OH$  al 96 %.

**Figura IV-9 Etapa de lavado**



**Fuente:** Elaboración propia.

**Dónde:**

$C_{22}$ = Masa de pectina húmeda.

$C_{23}$ = Masa de  $C_2H_5OH$  al 96 % para lavado de pectina.

$C_{24}$ = Masa de solución alcohólica residual.

$C_{25}$ = Masa de pectina lavada.

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$C_{22}$ = 251.1622 g

$C_{23}$ = 200 g

$C_{25}$ = 255.6712 g

Balance global:

$$C_{22} + C_{23} = C_{24} + C_{25} \quad \text{Ec. (4-28)}$$

$$C_{24} = C_{22} + C_{23} - C_{25} \quad \text{Ec. (4-29)}$$

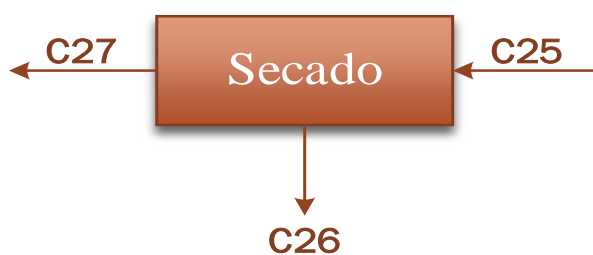
$$C_{24} = (251.1622 + 200 - 255.6712) \text{ g}$$

$$C_{24} = 195.4910 \text{ g}$$

#### 4.4.9 Etapa de secado

En esta etapa se evaporó la cantidad de agua que contiene la pectina húmeda hasta obtener un peso constante. Se trabajó con una temperatura de secado de  $40 \pm 2$  °C.

**Figura IV-10 Etapa de secado**



**Fuente:** Elaboración propia.

**Dónde:**

$C_{25}$ = Masa de pectina lavada.

$C_{26}$ = Masa de  $H_2O$  evaporada.

$C_{27}$ = Masa de pectina seca.

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$C_{25}$ = 255.6712 g

$C_{27}$ = 6.2965 g

Balance global:

$$C_{25} = C_{26} + C_{27} \quad \text{Ec. (4-30)}$$

$$C_{26} = C_{25} - C_{27} \quad \text{Ec. (4-31)}$$

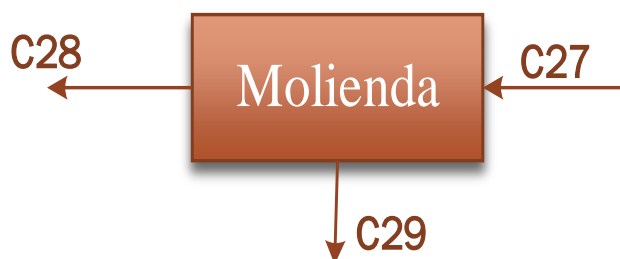
$$C_{26} = (255.6712 - 6.2965) \text{ g}$$

$$C_{26} = 249.3747 \text{ g}$$

#### 4.4.10 Etapa de molienda

Se realizó el proceso de molienda para obtener un polvo fino de la pectina.

**Figura IV-11 Etapa de molienda**



**Fuente:** Elaboración propia.

**Dónde:**

$C_{27}$ = Masa de pectina seca.

$C_{28}$ = Masa de pectina pérdida en molienda.

$C_{29}$ = Masa de pectina molida.

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$C_{27}$ = 6.2965 g

$C_{29}$ = 6.1296 g

Balance global:

$$C_{27} = C_{28} + C_{29} \quad \text{Ec. (4-32)}$$

$$C_{28} = C_{27} - C_{29} \quad \text{Ec. (4-33)}$$

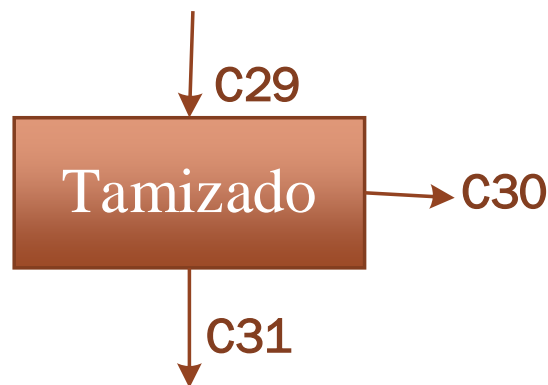
$$C_{28} = (6.2965 - 6.1296)\text{g}$$

$$C_{28} = 0.1669 \text{ g}$$

#### 4.4.11 Etapa de tamizado

El proceso de tamizado se realiza para obtener una pectina homogenizada, usando una malla N°60 (ASTM).

**Figura IV-12 Etapa de tamizado**



**Fuente:** Elaboración propia.

**Dónde:**

$C_{29}$ = Masa de pectina molida.

$C_{30}$ = Masa de pectina pérdida en tamizado.

$C_{31}$ = Masa de pectina extraída.

Los valores de las corrientes másicas obtenidas son las siguientes:

$C_{29}$ = 6.1296 g

$C_{31}$ = 6.0919 g

Balance global:

$$C_{29} = C_{30} + C_{31} \quad \text{Ec. (4-34)}$$

$$C_{30} = C_{29} - C_{31} \quad \text{Ec. (4-35)}$$

$$C_{30} = (6.1296 \text{ g} - 6.0919) \text{ g}$$

$$C_{30} = 0.0377 \text{ g}$$

La pectina final obtenida es de 6.0919 g

Entonces el rendimiento del proceso de extracción con los parámetros óptimos es:

$$\text{Rendimiento del proceso} = \frac{m_{\text{pectina}}}{m_{\text{cáscara de naranja}}} * 100 \% \quad \text{Ec. (4-36)}$$

**Dónde:**

$m_{\text{pectina}}$ = 6.0919 g

$m_{\text{cáscara de naranja}}$ = 100 g

$$\text{Rendimiento del proceso} = \frac{6.0919 \text{ g}}{100 \text{ g}} * 100 \%$$

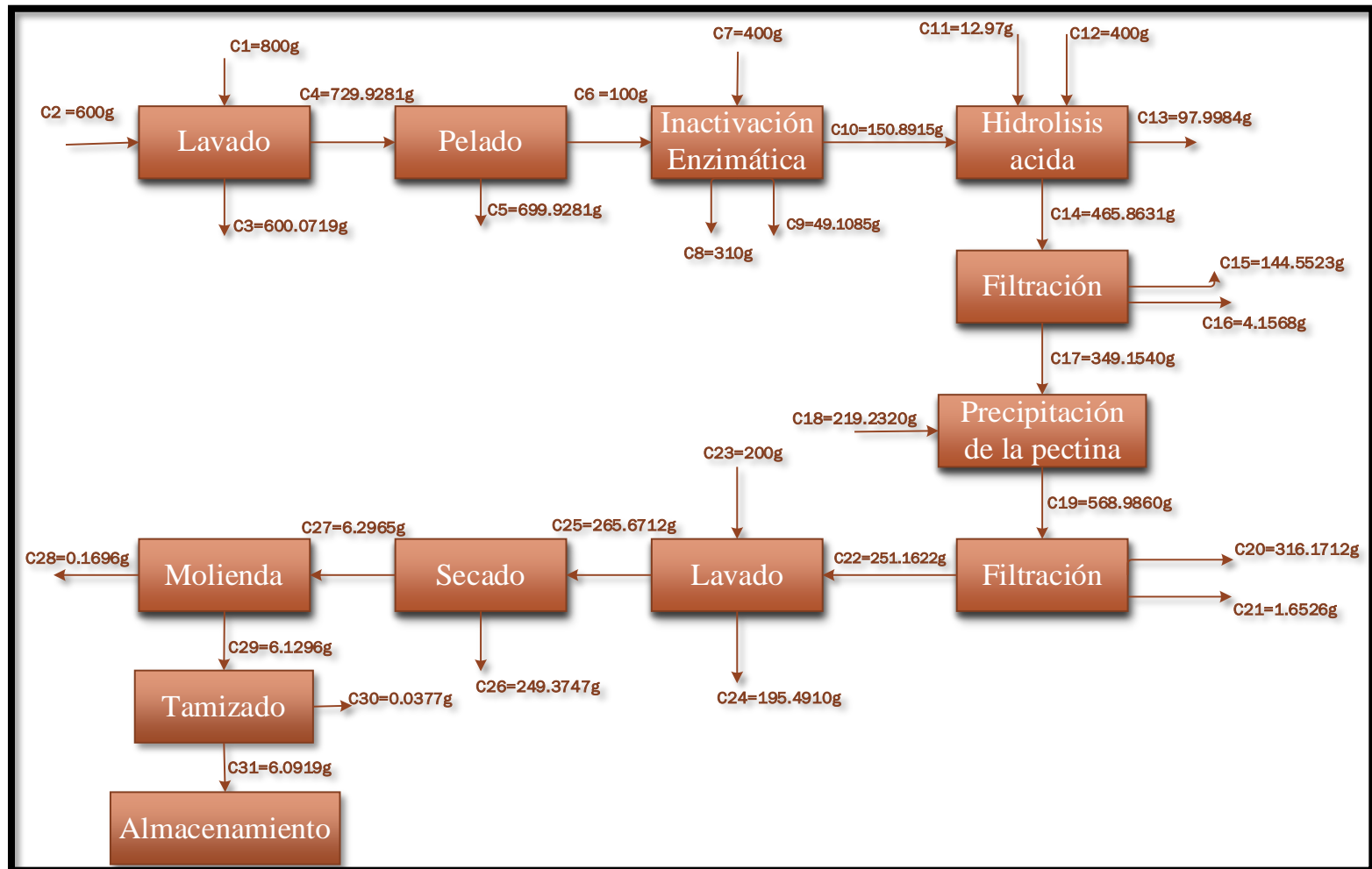
$$\text{Rendimiento del proceso} = 6.0919 \%$$

#### 4.412. Resumen del balance de materia del proceso

A continuación, en la figura IV-13 se muestra el resumen del balance de materia realizado con los resultados obtenidos:

**Figura IV-13 Resumen del balance de materia de la extracción de pectina**

**Fuente:** Elaboración propia



**Cuadro IV-10 Resumen del balance de materia**

<b>Etapas</b>	<b>Corriente</b>	<b>Masa (g)</b>
<b>Lavado</b>	C <sub>1</sub>	800.0000
	C <sub>2</sub>	600.0000
	C <sub>3</sub>	600.0719
	C <sub>4</sub>	729.9281
<b>Pelado</b>	C <sub>5</sub>	699.9281
	C <sub>6</sub>	100.0000
<b>Inactivación enzimática</b>	C <sub>7</sub>	400.0000
	C <sub>8</sub>	310.0000
	C <sub>9</sub>	49.1085
	C <sub>10</sub>	150.8915
<b>Hidrólisis ácida</b>	C <sub>11</sub>	12.9700
	C <sub>12</sub>	400.0000
	C <sub>13</sub>	97.9984
	C <sub>14</sub>	465.8631
<b>Primera filtración</b>	C <sub>15</sub>	144.5523
	C <sub>16</sub>	4.1568
	C <sub>17</sub>	349.1540
<b>Precipitación</b>	C <sub>18</sub>	219.2320
	C <sub>19</sub>	568.9860
<b>Segunda filtración</b>	C <sub>20</sub>	316.1712
	C <sub>21</sub>	1.6526
	C <sub>22</sub>	251.1622

*Continuación...*



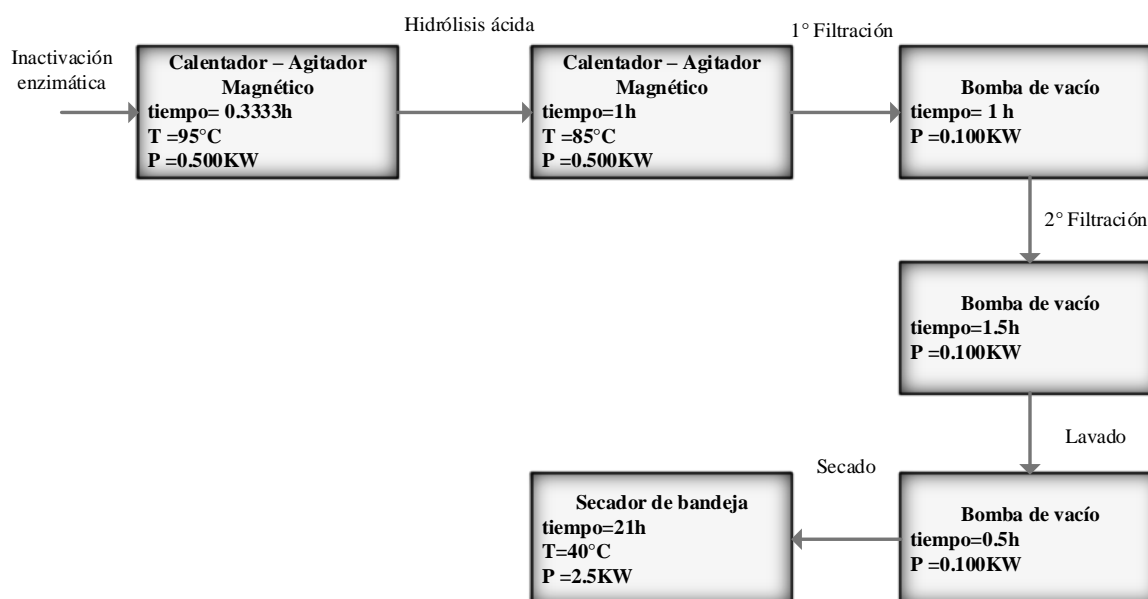
Etapa	Corriente	Masa (g)
Lavado	C <sub>23</sub>	200.0000
	C <sub>24</sub>	195.4910
	C <sub>25</sub>	265.6712
Secado	C <sub>26</sub>	249.3747
	C <sub>27</sub>	6.2965
Molienda	C <sub>28</sub>	0.1696
	C <sub>29</sub>	6.1296
Tamizado	C <sub>30</sub>	0.0377
	C <sub>31</sub>	6.0919

**Fuente:** Elaboración propia

#### 4.5 Balance de energía para el proceso de extracción

Se realizó el diagrama de flujo para el balance de energía para la extracción de pectina, en toda etapa donde hubo consumo de energía.

**Figura IV- 14 Balance de energía para el proceso de extracción**



**Fuente:** Elaboración propia

Se realizó el balance de energía para cada etapa.

#### 4.5.1. Etapa de inactivación enzimática

En esta etapa se utiliza el calentador – agitador magnético entre una temperatura de (92 – 95 °C) durante un lapso de 20 minutos, con una masa de 100 g de cáscara de Naranja.

**Donde:**

Tiempo =  $t = 0.3333 \text{ h}$

Potencia del calentador – agitador magnético =  $P_{\text{Calentador}} = 0.500 \text{ KW}$

Temperatura del calentador – agitador magnético =  $95 \text{ °C}$

Energía del calentador – agitador magnético =  $E_{\text{Calentador}}$

$$E_{\text{Calentador}} = P_{\text{Calentador}} * t \quad \text{Ec. (4-37)}$$

$$E_{\text{Calentador}} = 0.500 \text{ KW} * 0.3333 \text{ h}$$

$$E_{\text{Calentador}} = 0.1666 \text{ KW} - \text{h}$$

La energía consumida en la etapa de inactivación enzimática en kJ es de:

$$E_{\text{Calentador}} = 0.1666 \text{ kW} - \text{h} * 3600 \frac{\text{KJ}}{\text{KW} - \text{h}}$$

$$E_{\text{Calentador}} = 599.7600 \text{ KJ}$$

#### 4.5.2 Etapa de hidrólisis ácida

En esta etapa se usó el calentador – agitador magnético a una temperatura de  $85 \text{ °C}$  por un lapso de 60 minutos.

**Donde:**

Tiempo =  $t = 1 \text{ h}$

Potencia del calentador – agitador magnético =  $P_{\text{Calentador}} = 0.500 \text{ KW}$

Energía del calentador – agitador magnético =  $E_{\text{Calentador}}$

$$E_{\text{Calentador}} = P_{\text{Calentador}} * t \quad \text{Ec. (4-38)}$$

$$E_{\text{Calentador}} = 0.500 \text{ kW} * 1 \text{ h}$$

$$E_{\text{Calentador}} = 0.500 \text{ kW} - \text{h}$$

La energía consumida en la etapa de inactivación enzimática en kJ es de:

$$E_{\text{Calentador}} = 0.500 \text{ KW} - \text{h} * 3\,600 \frac{\text{KJ}}{\text{KW} - \text{h}}$$

$$E_{\text{Calentador}} = \mathbf{1800 \text{ KJ}}$$

#### 4.5.3 Etapa de primera filtración

En esta etapa se separó la solución hidrolizada del bagazo, empleando el proceso de filtración al vacío con una bomba de vacío conectado a un Kitasato con un embudo Büchner por un lapso de 1 hora.

**Donde:**

Tiempo =  $t = 1 \text{ h}$

Potencia de la bomba de vacío =  $P_{\text{Bomba}} = 0.1000 \text{ KW}$

Energía de la bomba de vacío =  $E_{\text{Bomba}}$

$$E_{\text{Bomba}} = P_{\text{Bomba}} * t \quad \mathbf{Ec. (4-39)}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 0.100 \text{ KW} * 1 \text{ h}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 0.100 \text{ KW} - \text{h}$$

La energía consumida en la etapa de la primera filtración en kJ es de:

$$E_{\text{Bomba}} = 0.100 \text{ KW} - \text{h} * 3\,600 \frac{\text{KJ}}{\text{KW} - \text{h}}$$

$$E_{\text{Bomba}} = \mathbf{360 \text{ KJ}}$$

#### 4.5.4 Etapa de segunda filtración

En esta etapa se separa la pectina húmeda de la solución ácida residual, empleando el proceso de filtración al vacío con una bomba de vacío conectado a un Kitasato con un embudo Büchner por un lapso de 90 minutos.

Tiempo =  $t = 1.5$  h

Potencia de la bomba de vacío =  $P_{\text{Bomba}} = 0.100$  KW

Energía de la bomba de vacío =  $E_{\text{Bomba}}$

$$E_{\text{Bomba}} = P_{\text{Bomba}} * t \quad \text{Ec. (4-40)}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 0.100 \text{ KW} * 1.5 \text{ h}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 0.150 \text{ KW} - \text{h}$$

La energía consumida en la etapa de la segunda filtración en kJ es de:

$$E_{\text{Bomba}} = 0.150 \text{ KW} - \text{h} * 3600 \frac{\text{KJ}}{\text{KW} - \text{h}}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 540 \text{ KJ}$$

#### 4.5.5 Etapa de lavado

En esta etapa se realiza un lavado a la pectina húmeda con  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  al 96 % para eliminar impurezas. Se realizó usando una bomba de vacío conectado a un Kitasato con un embudo Büchner por un lapso de 30 minutos.

Tiempo =  $t = 0.5$  h

Potencia de la bomba de vacío =  $P_{\text{Bomba}} = 0.100$  kW

Energía de la bomba de vacío =  $E_{\text{Bomba}}$

$$E_{\text{Bomba}} = P_{\text{Bomba}} * t \quad \text{Ec. (4-41)}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 0.100 \text{ KW} * 0.5 \text{ h}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 0.050 \text{ KW} - \text{h}$$

La energía consumida en la etapa de lavado en kJ es de:

$$E_{\text{Bomba}} = 0.050 \text{ KW} - \text{h} * 3\,600 \frac{\text{KJ}}{\text{KW} - \text{h}}$$

$$E_{\text{Bomba}} = 180 \text{ KJ}$$

#### 4.5.6 Etapa de secado

En esta etapa se realiza el secado de la pectina húmeda en un secador de bandeja a una temperatura de  $40 \pm 2^\circ\text{C}$  por un lapso de 21 horas, hasta obtener un peso constante de la pectina.

Tiempo =  $t = 21 \text{ h}$

Potencia del secador de bandeja =  $P_{\text{Secador}} = 2.5 \text{ KW}$

Energía del secador de bandeja =  $E_{\text{Secador}}$

$$E_{\text{Secador}} = P_{\text{Secador}} * t \quad \text{Ec. (4-42)}$$

$$E_{\text{Secador}} = 2.5 \text{ KW} * 21 \text{ h}$$

$$E_{\text{Secador}} = 52.5 \text{ KW} - \text{h}$$

La energía consumida en la etapa de secado en KJ es de:

$$E_{\text{Secador}} = 52.5 \text{ KW} - \text{h} * 3\,600 \frac{\text{KJ}}{\text{KW} - \text{h}}$$

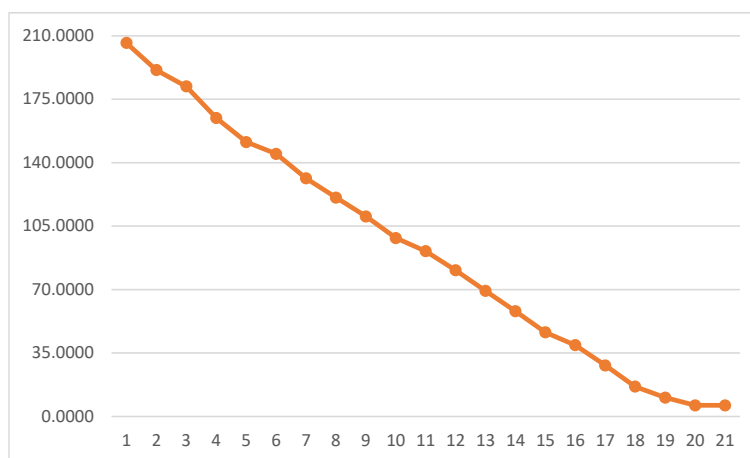
$$E_{\text{Secador}} = 189,000 \text{ KJ}$$

Los valores del consumo energético por cada etapa son los siguientes:

**Cuadro IV-11 Datos de Secado**

Tiempo (hr)	Peso de la pectina (gr)
1	206.0368
2	191.0469
3	182.0168
4	164.5609
5	151.3710
6	144.7976
7	131.2989
8	120.7371
9	110.2750
10	98.3955
11	91.1114
12	80.5709
13	69.1801
14	58.0003
15	46.3606
16	39.2949
17	28.1308
18	16.3900
19	10.3849
20	6.0919
21	6.0919

**Fuente:** Elaboración propia

**Figura IV-15 Gráfica de secado**

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro IV-12 Valores del consumo energético del balance de energía**

<b>Etapas</b>	<b>Equipo utilizado</b>	<b>Consumo energético por equipo (kW-h)</b>	<b>Energía consumida (kJ)</b>
Inactivación enzimática	Calentador – agitador magnético	0.1666	599.760
Hidrólisis ácida	Calentador – agitador magnético	0.5000	1,800.000
Primera filtración	Bomba de vacío	0.1000	360.000
Segunda filtración	Bomba de vacío	0.1000	540.000
Lavado	Bomba de vacío	0.05000	180.000
Secado	Secador de bandeja	52.5000	189,000.000
<b>TOTAL</b>		<b>53.4166</b>	<b>192,479.760</b>

**Fuente:** Elaboración propia

### 3.7 Análisis estadístico

La varianza es una medida de dispersión que representa la variabilidad de una serie de datos respecto a su media, el análisis de varianza (ANOVA) que nos permite medir el nivel de significancia de las principales variables independientes que afectan a la variable respuesta del diseño factorial del proyecto. Para la realización de análisis estadístico para la extracción de pectina a partir de la cáscara de naranja se utilizó el programa Minitab Versión 19.

#### 4.6.1 Influencia de la temperatura, pH y tiempo en el rendimiento de pectina

La temperatura, el pH y el tiempo son factores críticos que influyen en el rendimiento de la extracción de pectina. A continuación, se explicará cómo cada uno afecta el proceso:

- **Temperatura:** Un aumento de la temperatura puede aumentar la velocidad de extracción de pectina al acelerar la ruptura de las paredes celulares de la cáscara de la fruta, lo que facilita la liberación de la pectina.
- **pH:** El pH afecta la solubilidad de la pectina. En un entorno ácido, como el que es generado por ácido cítrico, favorece la extracción de pectina al romper las uniones celulares y facilitar su liberación.
- **Tiempo:** El tiempo de extracción determina la duración en la que las cáscaras de la fruta están en contacto con el solvente y los agentes extractores, permitiendo que la pectina se libere gradualmente.

#### **Interacción entre factores:**

Estos factores no actúan de forma independiente. La interacción entre la temperatura, el pH y el tiempo es crucial. La optimización de estos parámetros requiere experimentación y ajustes para encontrar las condiciones óptimas de extracción que maximicen el rendimiento de pectina manteniendo su calidad.

#### **4.6.2 Análisis estadístico de la variable respuesta**

Análisis de varianza (ANOVA) también conocida como análisis factorial, constituye la herramienta básica para el estudio del efecto de uno o más factores (cada uno con dos o más niveles) sobre la media de una variable continua. Es por lo tanto el test estadístico a emplear cuando se desea comparar las medias de dos o más grupos. Esta técnica puede generalizarse también para estudiar los posibles efectos de los factores sobre la varianza de una variable.

**Cuadro IV-13 Resumen del diseño factorial variable respuesta rendimiento**

<b>Factores:</b>	3	<b>Diseño de la base:</b>	3:8
<b>Corridas:</b>	16	<b>Réplicas:</b>	2
<b>Bloques:</b>	1	<b>Puntos centrales (total):</b>	0

**Fuente:** Minitab Statistical 22



**Cuadro IV-14 Diseño factorial variable respuesta rendimiento**

Tipo Pt	Bloques	Temperatura (°C)	pH	Tiempo (min)	Rendimiento (%)
1	1	60	1.5	40	3.0841
1	1	60	3.0	40	1.9397
1	1	85	1.5	40	4.2993
1	1	85	3.0	40	2.6615
1	1	60	1.5	60	3.7451
1	1	60	3.0	60	1.7866
1	1	85	1.5	60	6.0919
1	1	85	3.0	60	2.9925
1	1	60	1.5	40	3.1304
1	1	60	3.0	40	2.0061
1	1	85	1.5	40	4.8929
1	1	85	3.0	40	2.7815
1	1	60	1.5	60	3.7451
1	1	60	3.0	60	1.8010
1	1	85	1.5	60	5.9257
1	1	85	3.0	60	2.7061

Fuente: Minitab Statistical 22

#### 4.6.3 Análisis de Varianza (ANOVA)

**Figura IV- 16 ANOVA**

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	7	27.6018	3.9431	130.58	0.000
Lineal	3	25.2009	8.4003	278.17	0.000
Ph	1	16.4826	16.4826	545.82	0.000
Temperatura	1	7.7191	7.7191	255.62	0.000
tiempo	1	0.9993	0.9993	33.09	0.000
Interacciones de 2 términos	3	2.3461	0.7820	25.90	0.000
Ph*Temperatura	1	0.9491	0.9491	31.43	0.001
Ph*tiempo	1	1.1044	1.1044	36.57	0.000
Temperatura*tiempo	1	0.2925	0.2925	9.69	0.014
Interacciones de 3 términos	1	0.0547	0.0547	1.81	0.215
Ph*Temperatura*tiempo	1	0.0547	0.0547	1.81	0.215
Error	8	0.2416	0.0302		
Total	15	27.8434			

Fuente: Minitab Statistical 22

En base a los resultados del análisis de varianza obtenemos la variabilidad de la respuesta rendimiento para cada uno de los factores involucrados (temperatura, pH, tiempo), conjuntamente nos arroja una prueba de significancia en cada efecto por comparación de la media cuadrada contra una estimación del error experimental.

Los valores P de los factores e interacciones involucradas obtenidos de los parámetros son inferiores al valor establecido de P 0.05 (valor de significancia) mismo que indica que la asociación entre los factores y la variable respuesta es estadísticamente significativa por lo tanto esta contribuye a la variación del rendimiento.

Así mismo, los resultados nos arrojan un valor P 0,000 el cual indica que el modelo es el adecuado para el diseño factorial.

**Cuadro IV-15 Resumen del modelo variable respuesta**

S	R-cuadrado	R-cuadrado (ajustado)	R-cuadrado (pred)
0.173776	99.13%	98.37%	96.53%

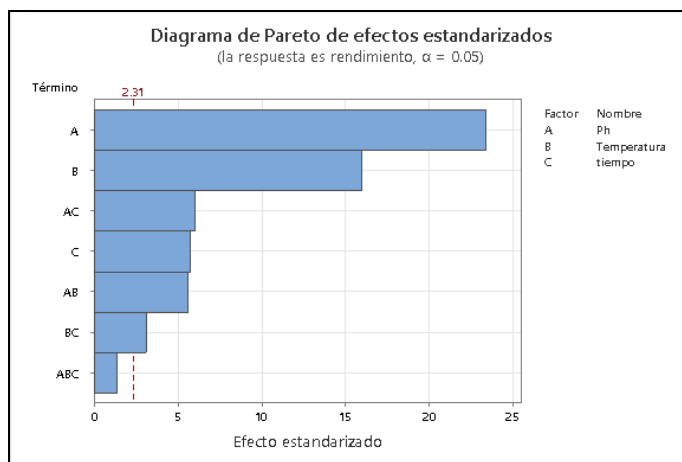
**Fuente:** Minitab Statistical 22

El cuadro IV-15, nos indica que el modelo explica el 99.13 % de la variabilidad en el rendimiento de pectina extraída a partir de la cáscara de naranja. El estadístico R-cuad. (Ajustado) es 98.37 %, por lo tanto, es muy prometedor para predecir la variable respuesta en posteriores experimentos con diferentes números de variables independientes. El error estándar de la estimación muestra que la desviación estándar de los residuales es de 0.173776.

#### 4.6.4 Diagrama de Pareto

Un diagrama de Pareto es una gráfica de barras que nos muestra cada uno de los efectos estimados en orden decreciente de magnitud, la longitud de cada barra es proporcional al efecto estandarizado, que es el efecto estimado dividido por su error estándar, el diagrama de Pareto se utiliza para jerarquizar los defectos de mayor a menor, de forma que pueda priorizar los esfuerzos en cuanto a mejorar la calidad. La línea vertical se utiliza para juzgar cuales efectos son significativos. Cualquier barra que se prolonga más allá de esa línea corresponde a efectos que son estadísticamente significativos al nivel de confianza de 95 %.

**Figura IV- 17 Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para el rendimiento**

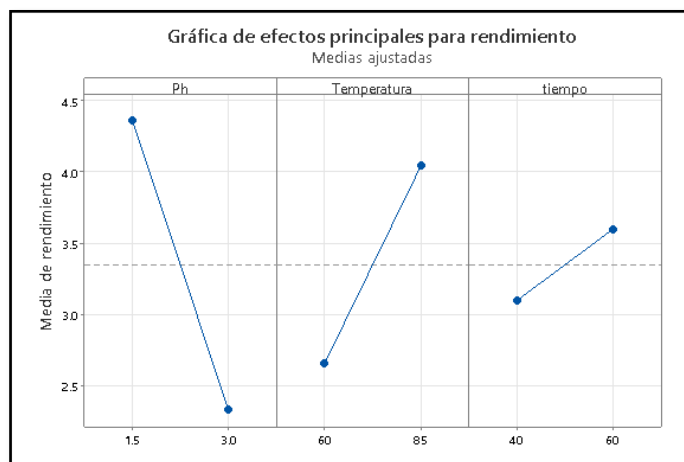


**Fuente:** Minitab Statistical 22

Se visualiza los factores más influyentes en los experimentos, estos factores son significativos en el diseño cuando las barras sobrepasan la línea crítica, como se puede observar en el experimento los factores A y B son los más significativos, donde el pH (A) es el factor más predominante del análisis, poniendo a los factores B, AB, BC, C, AC como interacciones significativas. La interacción ABC no es significativa ya que no sobrepasa la línea crítica.

#### 4.6.5 Gráficas Factoriales

**Figura IV-18 Gráfica de efectos principales para rendimiento**

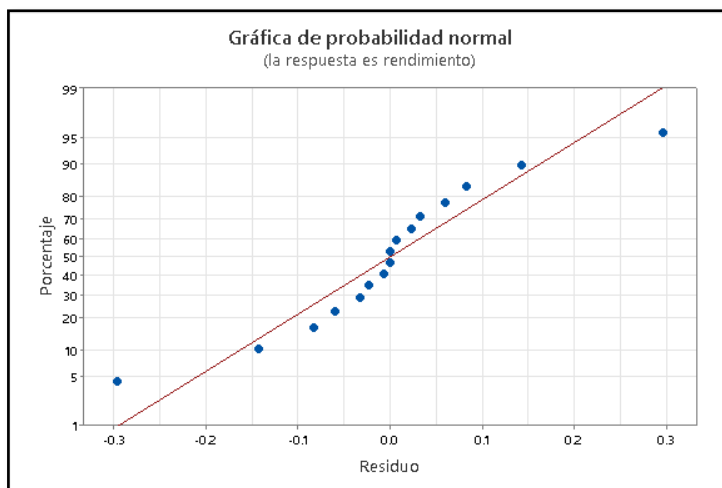


**Fuente:** Minitab Statistical 22

En la gráfica anterior podemos visualizar como varia la respuesta de acuerdo al cambio de nivel de los factores. Se observó que los tres factores: temperatura, pH y tiempo tienen efecto sobre la variable respuesta rendimiento, teniendo un mayor efecto el pH correspondiente al nivel bajo de 1.5 siendo el más predominante, es decir, al disminuir el pH se tiene un mayor rendimiento de extracción. Luego la temperatura de hidrólisis con un nivel alto de 85 °C es el segundo más predominante, el aumento de temperatura es directamente proporcional al rendimiento. Con respecto al tiempo de hidrólisis se observa que al aumentar el tiempo de hidrólisis aumenta el rendimiento.

Por lo tanto, la figura IV-18, nos indica que, a un pH menor, una temperatura mayor y un tiempo de hidrólisis mayor se obtiene un mayor rendimiento en el proceso de extracción de pectina a partir de la cáscara de naranja.

**Figura IV-19 Gráfica de probabilidad normal**



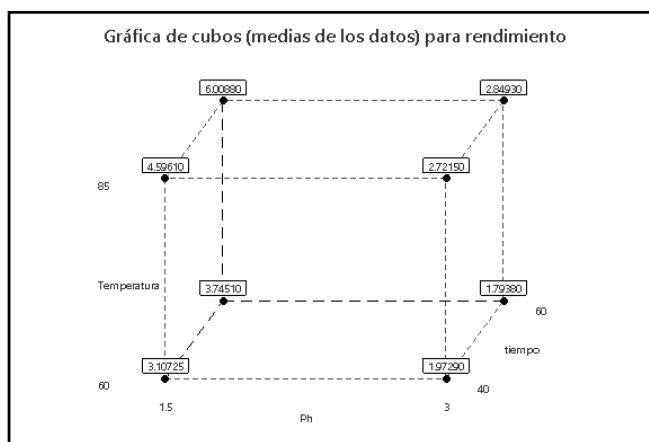
**Fuente:** Minitab Statistical 22

En el gráfico de probabilidad normal se crea de tal forma que nos ayuda a determinar si los residuos siguen o no la distribución normal supuesta, los datos deben caer aproximadamente a lo largo de una línea recta, la desviación del punto alejado desde debajo de -0.3 con respecto a la línea de referencia indica que los datos pudieran venir de una distribución con colas relativamente más largas que una distribución normal.

**Cuadro IV- 16 Resultados de la variable respuesta**

Obs	Rendimiento	Ajuste	Resid
1	3.084	3.107	-0.023
2	1.94	1.973	-0.033
3	4.299	4.596	-0.297
4	2.662	2.722	-0.06
5	3.745	3.745	0
6	1.787	1.794	-0.007
7	6.092	6.009	0.083
8	2.993	2.849	0.143
9	3.13	3.107	0.023
10	2.006	1.973	0.033
11	4.893	4.596	0.297
12	2.781	2.722	0.06
13	3.745	3.745	0
14	1.801	1.794	0.007
15	5.926	6.009	-0.083
16	2.706	2.849	-0.143

**Fuente:** Minitab, 2023

**Figura IV-20 Gráfica de cubos**

**Fuente:** Minitab Statistical 22

Son el promedio de los datos sin procesar para cada combinación de niveles de factor. Lo que se puede destacar para obtener un rendimiento óptimo (vértice izquierdo superior) el cual como indica la gráfica de cubos se tiene que extraer con los valores de: temperatura alta a 85 °C, a un pH bajo de 1.5 y un tiempo de hidrólisis bajo de 60 min.

Además de puede visualizar el peor rendimiento (vértice derecho inferior) con un valor promedio de 1.97% de rendimiento con combinaciones de: temperatura baja a 60 °C, un pH alto de 3 y un tiempo de hidrólisis bajo de 60 min.

#### 4.7 Evaluación de costos

Para determinar el costo de la investigación se realizó la evaluación de costos directos, que se realizan durante la elaboración de todo el proyecto. Las siguientes tablas muestran los detalles de los costos directos e indirectos.

##### 4.7.1 Costo del estudio

**Cuadro IV- 17 Detalle del costo de extracción de la pectina**

N°	Actividad	Unidad	Costo Unitario (Bs)	Cantidad	Costo Total (Bs)
1	Internet	Mes	99.00	1	99
2	Barbijo	unidad	0.50	10	5
3	Guantes Latex	par	0.50	10	5
4	Secador	un.	5.00	1	5
5	Colador	un.	5.00	1	5
6	Fuente 3L	gb	10.00	1	10
7	Papel	paq	30.00	1	30
8	Transporte	sem	20.00	4	80
<b>Total</b>					<b>239</b>

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro IV- 18 Detalle del costo de análisis fisicoquímicos**

N°	Item	Costo Unitario (Bs)	Descuento	Costo Total
1	Cenizas	70	40%	28
2	Humedad	40	40%	16
3	pH	20	40%	8
4	Solidos Solubles	20	40%	8
<b>Total</b>				<b>60</b>

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro IV- 19 Costo Materiales Indirectos**

N°	Item	Unidad	Costo Unitario (Bs)	Cantidad	Costo Total (Bs)
1	MP	unidad	0.5	72	36
2	Acido clorhidrico 1N	Litro	90	1	90
3	Etanol al 96%	litro	8	10	80
4	Agua destilada	litro	2	20	40
5	Hidroxido de sodio	gr	1	10	10
<b>Total</b>					<b>256</b>

**Fuente:** Elaboración propia

**Cuadro IV- 20 Costos Totales**

Descripcion	Costo Total (Bs)
Costo de extraccion	256
Costo de analisis	60
Costo de materiales	239
<b>Total</b>	<b>555</b>

**Fuente:** Elaboración propia

El costo total de la investigación es de Bs. 555.

#### 4.7.2 Costo de producción

**Cuadro IV- 21 Costo de energía**

Equipo	Energía (kWh)	Costo Unitario (Bs)	Costo total (Bs)
Inactivación enzimática	0.1666	0.9	0.14994
Hidrolisis ácida	0.5000	0.9	0.45000
Primera filtración	0.1000	0.9	0.09000
Segunda filtración	0.1000	0.9	0.09000
Lavado	0.0500	0.9	0.04500
Secado	52.5000	0.9	47.25000
<b>Total</b>			<b>48.07494</b>

**Fuente:** Elaboración propia

# **CAPÍTULO V**

## **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**



## 5.1 Conclusiones

- Se logró desarrollar exitosamente la extracción de la pectina a partir de la cascara de naranja a través del método de hidrólisis ácida convencional, se concluye que el método de extracción empleado ha demostrado ser eficiente en la obtención de pectina a partir de la materia prima seleccionada. A demás se observó un alto rendimiento en la extracción, lo cual indica la efectividad del proceso en la separación y recuperación de la pectina.
- De acuerdo al balance obtenido, a partir de 100 gr de cascara de naranja (albedo) se obtiene 6.0919 gr de pectina.
- Los análisis realizados sobre la pectina extraída revelan datos favorables acerca del producto final siendo el método empleado por (Owens et al, citado por (Suarez, 2014)) demuestran un grado adecuado de metoxilo (8.5756%) y esterificación (82.1706%) el cual indica que se obtuvo pectina de alto metoxilo, así como una buena capacidad gelificante. Estas propiedades son fundamentales para determinar la utilidad y aplicabilidad de la pectina en diversas industrias, como la alimentaria, farmacéutica y cosmética.
- Los parámetros fisicoquímicos de la prueba final de la pectina, fueron realizados en el laboratorio del CEANID de la UAJMS bajo normativas establecidas por cada prueba que fueron previamente mencionadas, como resultado se obtuvo: Cenizas 1.03%, Humedad 4.56%, pH 3.56, solidos solubles 62.5 °Brix.
- Una vez realizadas las pruebas y replicas pertinentes se llegó a la conclusión de que la condición optima del proceso de extracción de pectina es: Temperatura 85°C, tiempo 60 min y pH 1.5, por consiguiente, se entiende que, a un pH menor, temperatura y tiempo mayor se logra obtener un mayor rendimiento en el proceso de extracción de la pectina a partir de la cascara de naranja.
- El costo de investigación para le extracción experimental de pectina a partir de la cascara de naranja (a escala de laboratorio) es de Bs. 555.

## 5.2 Recomendaciones

Con la investigación realizada en el presente proyecto se propone:

- Realizar un proyecto de pre factibilidad para la instalación de una planta piloto de extracción de pectina o procesadora de cítricos como fin del mismo evaluar la viabilidad económica.
- Se recomienda estandarizar la solución de hidróxido de sodio (NaOH) que se utiliza para la etapa de la titulación de esta manera se evitara errores en el proceso, obteniendo una mayor precisión.
- En etapa de inactivación de encimas se recomienda no sobrepasar el rango de tiempo establecido puesto que la cascara de naranja comenzara un proceso de cocción perjudicando considerablemente el resultado final.
- Se recomienda en la etapa de secado controlar la eliminación de agua de la pectina de manera minuciosa, ya que una vez que esta elimine el agua comenzara a carbonizarse.
- Estudiar métodos y uso de equipos actualizados para la recuperación y reutilización del Etanol residual del proceso de precipitación, debido al alto consumo de dicha sustancia que origina costos elevados en la obtención de pectina.
- Realizar el lavado de la pectina húmeda con etanol de manera correcta evitara que el producto final tenga un mal aspecto visual y no presente impurezas. Es fundamental asegurarse de que el etanol utilizado tenga la concentración adecuada y que se realice el tiempo suficiente para eliminar completamente cualquier contaminante soluble en alcohol.
- Efectuar la extracción de pectina con diferentes frutas cítricas y evaluar los rendimientos obtenidos, comparando con trabajos similares para fortalecer las técnicas de extracción y de investigación entre estudiantes contribuyendo a su avance.

- Verificar que el pH-metro que se utilice este correctamente ajustado esto garantiza mediciones precisas y confiables del pH durante todo el proceso de extracción de pectina.