

EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL TIPO DE ÁCIDO DE EXTRACCIÓN SOBRE EL RENDIMIENTO Y CARACTERÍSTICAS DE LA PECTINA OBTENIDA A PARTIR DE CASCARA DE NARANJA CITRUS × SINENSIS

EVALUATION OF THE EFFECT OF THE TYPE OF ACID OF EXTRACTION GIVES ON THE PERFORMANCE AND CHARACTERISTICS OF THE PECTIN OBTAINED FROM RIND OF ORANGE CITRUS × SINENSIS

Diana Valentina Camelo D.¹

Laura Camila Rueda F.²

RESUMEN

El presente proyecto de investigación evalúa el efecto que tiene el tipo de ácido en el rendimiento de extracción de pectinas obtenidas a partir de cáscaras de naranja, para lo cual se evalúan los ácidos cítrico y clorhídrico. Se determinó, además, el grado de esterificación y el contenido de metoxilos. La pectina es un polisacárido complejo que se encuentra en la laminilla media de las células primarias de algunas plantas y se compone principalmente de ácido d-galacturónico y monosacáridos. La pectina se aplica en la ciencia de los alimentos, la nutrición, los cosméticos y la industria farmacéutica, y es ampliamente utilizada para espesar, gelificar y como agente emulsionante en mermeladas, refrescos, pescado, carne y productos lácteos. El método más ampliamente usado es el de tratamiento ácido, en el que la

pectina se hidroliza a alta temperatura. Dentro de los factores que afectan el rendimiento de la extracción se encuentran el tipo de ácido, la temperatura, tiempo y la relación muestra-solvente.

Palabras claves: pectina, naranja, ácido cítrico, ácido clorhídrico, espesante.

ABSTRACT

The present research project evaluates the effect of the type of acid in the performance of the extraction of the pectins, as well as the evaluation of the citric and hydrochloric acids, was determined, in addition to the degree of esterification, and the content of methoxyl.

Pectin is a complex polysaccharide found in the lamellae of the primary cells of some plants. Pectin is composed mainly of

¹Estudiante Ingeniería Agroindustrial, Fundación Universitaria Agraria de Colombia. Semillero de investigación - Desarrollo de Ingeniería Agroindustrial (DIA). Correo: camelo.diana@uniagraria.edu.co

²Estudiante Ingeniería Agroindustrial, Fundación Universitaria Agraria de Colombia. Semillero de investigación - Desarrollo de Ingeniería Agroindustrial (DIA). Correo: rueda.laura@uniagraria.edu.co

d-galacturonic acid and monosaccharides. Pectin is applied in the science of food, nutrition, cosmetics and the pharmaceutical industry. It is widely used to thicken, gel and as an emulsifying agent in jams, soft drinks, fish, meat and dairy products.

The most used method is used acid

treatment in the pectin is hydrolyzed at high temperature, within the factors that affect the extraction performance is the type of acid, temperature, time and sample: solvent.

Keywords: Pectin, Orange, citric acid, hydrochloric acid.

INTRODUCCIÓN

Las pectinas son productos químicos obtenidos del material vegetal, principalmente de frutas como la manzana o los cítricos (Devia, 2003). Poseen varias aplicaciones en la industria y son útiles en diversos procesos, de allí nace el interés de su obtención de materiales alternativos como la cáscara de *Citrus × sinensis*. Las pectinas son heteropolisacáridos que se presentan en la naturaleza como elementos estructurales del sistema celular de las plantas. Su componente principal es el ácido poligalacturónico, que existe parcialmente esterificado con metanol. Se encuentran principalmente en las frutas y vegetales, para aprovechar su capacidad para balancear el equilibrio del agua dentro del sistema (Devia, 2003).

Estas pectinas son de gran importancia para una gran variedad de industrias, entre ellas, la industria de alimentos, farmacéutica, cosmética. Además, se usan en la fabricación de productos espumantes, como agente de clarificación, aglutinantes y gelificadores. (Guerrero, Suárez y Orozco, 2017). Por esta razón, es importante definir métodos de extracción que aseguren la calidad del producto, que mantengan la estructura de la pectina para su uso industrial y que sean lo menos contaminantes posibles.

La extracción se basa en una hidrólisis, separación y recuperación de la pectina. La protopectina se hidroliza en medio ácido diluido, en caliente, para remover así la pectina y otros productos, tales como polisacáridos neutros y gomas. El grado de esterificación final depende de la temperatura, del pH y de la duración del tratamiento ácido. Así, es posible

obtener pectinas fuertemente metiladas o pectinas débilmente metiladas (Hart y Fisher, 1991).

En el presente proyecto, se realizó la obtención de pectinas de naranja por medio de hidrólisis ácida a partir ácido cítrico y ácido clorhídrico, con el fin de caracterizar la pectina extraída de la cascara de la naranja *Citrus × sinensis*, su grado de esterificación y su contenido de metoxilos.

MATERIALES Y MÉTODOS

En la presente investigación se empleó el fruto de naranja *citrus × sinensis* como materia prima. A partir de ello, se realizó la extracción de pectina por hidrólisis ácida, con dos ácidos diferentes: clorhídrico y cítrico, como se mencionó anteriormente. La obtención y caracterización de la pectina se realizó en el laboratorio de ingredientes naturales de la Fundación Universitaria Agraria de Colombia.

Acondicionamiento de la materia prima

Para realizar la obtención de la pectina a partir de la naranja, se extrajo el jugo presente en el fruto, hasta que la cáscara de la naranja tuviera únicamente el albedo y el flavedo. Posteriormente, se realizó una disminución de tamaño con ayuda de un cuchillo convencional y se obtuvieron pequeños cuadros de menos de 1 cm de largo. Si se desea obtener un producto sin coloración, se debe separar el albedo del flavedo, que es el que contiene los colorantes naturales del fruto, como la clorofila y los carotenoides; sin embargo, este procedimiento es opcional y no se empleó en este proyecto.

Extracción de la pectina

La materia prima anteriormente preparada se pesó para tener la relación de agua que se debía usar, en este caso, entre 3 y 4 veces la cantidad de material vegetal pesado. El proceso se realizó con 115 g de material vegetal. Se prepararon las soluciones de los ácidos: ácido clorhídrico, al 0,1 M y ácido cítrico, ambos con un pH 2. Se llevó el material vegetal a un beaker de 500 ml con el agua acidificada y se calentó a una temperatura de 80 °C por espacio de 45 min a 1 hora. Pasado el tiempo de extracción, se dejó enfriar la muestra y se filtró el material vegetal a través de un filtro de lienzo, la solución obtenida contiene la pectina y esta se llevó a ebullición por un espacio de 30 min para concentrar esta solución.

Precipitación y separación de la pectina

La solución obtenida se dejó enfriar y se le adicionó etanol al 96 % en igual cantidad de dicha solución para que la pectina presente se precipitara en el Beaker. Esta mezcla se dejó en reposo y luego fue trasladada a tubos falcón y centrifugada en una centrífuga dinámica C-04 a una velocidad de 2500 rpm por espacio de 10 min. Después de este

proceso, se formó un precipitado de pectina que fue removido y depositado en recipientes de metal, para su posterior secado en horno convencional, a una temperatura de 40 °C por espacio de 6 horas.

Caracterización de la pectina: rendimiento de la pectina

El rendimiento de la pectina se evaluó o se determinó mediante la relación del peso de la pectina obtenida en húmedo con el peso original del material vegetal, en este caso el peso de la cáscara de naranja cortada, 115 g en ambos casos.

Determinación del grado de esterificación

Terminada la obtención de la pectina de la cáscara de naranja, se procedió a realizar su caracterización a partir de la determinación del grado de esterificación y el contenido de metoxilos para identificar el tipo de pectina y su posible uso industrial. El grado de esterificación se calcula relacionando los meq B gastados en la titulación de determinación del porcentaje de metoxilación y la suma del total de los meq A gastados en la titulación de determinación del peso equivalentes y meq B, de acuerdo con la ecuación 1 (Vargas, Forero, y Niño, 2017):

$$\% \text{ Grado de esterificación} = \frac{\text{meq B}}{\text{meq A} + \text{meq B}} \times 100 \quad \text{Ecuación. 1}$$

Para determinar el grado de esterificación, se tomó una muestra de 0,5 g de la pectina obtenida y se llevó a un baño maría con 100 ml de agua destilada a una temperatura de 70 °C, hasta observar que la que la pectina se diluyera.

De esta dilución se tomaron 20 ml y se llevaron a titulación de NaOH 0,1N, se usó fenolftaleína al 1 % como indicador. Esta titulación se realizó con ayuda de una bureta digital para mayor exactitud, los resultados obtenidos se expresan en meq A con la ecuación 2.

$$\text{meq A} = \text{ml de NaOH} \times 0,1 \frac{\text{meq gra NaOH}}{\text{ml solución}} \quad \text{Ecuación 2}$$

A continuación, a la muestra titulada anteriormente se le añadieron 20ml de una solución de NaOH al 0,5 N y se dejó reposar por 30 min. Transcurrido este tiempo, se adicionaron 20 ml de una solución de HCL al 0,5 N con ayuda de una pipeta, para neutralizar el NAOH. Se llevó a agitación constante durante 15 min, después se realizó una titulación con NAOH 0,1 N, los resultados obtenidos se expresa en meq B para remplazar finalmente los datos obtenidos en la ecuación 1.

Determinación contenido de metoxilos

El porcentaje de metoxilo se determinó con la solución empleada para la determinación de grado de esterificación y con los datos obtenidos de la segunda titulación, expresada en meq B, para determinar el porcentaje de metoxilo que cual se calcula mediante la ecuación 3.

$$\% \text{ Metoxilo} = \frac{\text{meqB} \times 31 \times 100}{\text{Peso de la muestra (mg)}} \quad \text{Ecuación 3}$$

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Rendimiento de la pectina

La cantidad de pectina obtenida con ácido clorhídrico obtuvo un rendimiento del 69,57 %, lo cual representa una gran cantidad de pectina. En otros estudios realizados, se encontró que en una variedad de limón propia de la india el mejor solvente para la extracción de pectina fue HCl 0.1N, con una relación de cáscara a ácido 1:10 por un tiempo de extracción de 60 minutos. (Attri & Maini, 1996). Entonces, se observa que el ácido clorhídrico es un muy buen solvente a la hora de la hidrólisis ácida para la extracción de pectinas.

En el caso de la pectina obtenida con ácido cítrico a un pH de 2, se obtuvieron 100,3 g de pectina, es decir, con un

rendimiento del 77,45 % que es mayor al obtenido con ácido clorhídrico. En estudios anteriores, en los que se evaluó el uso de ácido cítrico y ácido clorhídrico en la extracción de pectina a partir de maracuyá, los autores encontraron que el mejor tratamiento fue el ácido clorhídrico, con un pH de 3,5, según las variables que avaluaron porcentaje de esterificación, tiempo de gelificación y rendimiento (López, Muñoz y Vélez, 2015).

Resulta contrario a los resultados obtenidos en esta investigación, en la cual se evaluó el uso del ácido y se encontró que el ácido cítrico a un pH de 2 obtuvo mayores rendimientos de obtención de pectina, en comparación con el ácido clorhídrico. Cabe resaltar que la evaluación del rendimiento se realizó con el peso en húmedo de la pectina obtenida y que otra variable que

podría afectar el proceso es el índice de madurez de las naranjas usadas.

Determinación del grado de esterificación

El grado de esterificación de la pectina obtenida con ácido clorhídrico fue del 84,2 % y con el ácido cítrico 50,63 %. Como se pudo observar, el grado de esterificación mayor se encontró en la pectina de obtenida con ácido clorhídrico; este resultado concuerda con los reportados estudios anteriores de otros autores, en los que el grado de esterificación de las pectinas extraídas para cítricos como el maracuyá presenta un mayor grado de esterificación con ácido clorhídrico con un pH de 3,5 (López, Muñoz y Vélez, 2015).

Estos altos grados de esterificación se pueden atribuir a que los grupos carboxilo pertenecientes a la cadena principal de ácido galacturónico no solo se esterificaron con grupos metoxilos, sino con otros grupos capaces de promover la adición de grupos metilo, tales como grupos acetilo (Canteri, Moreno y Wosiacki, 2012)

Determinación contenido de metoxilos

Se encontró que la pectina extraída con ácido cítrico presenta un mayor contenido de metoxilos, con un porcentaje de 14,57 %, en comparación al del ácido clorhídrico con 8,68 %. Según los resultados obtenidos, se infiere que la pectina de la cáscara de naranja evaluada es de alto metoxilo.

CONCLUSIONES

Según las características de las pectinas evaluadas (rendimiento, grado de esterificación y contenido de metoxilos), se

encontró que el ácido con mejores resultados fue el ácido cítrico ya que se encontró un mayor rendimiento. Sin embargo, se sugiere realizar el proceso de evaluación con naranjas que presenten el mismo índice de madurez y que el cálculo del rendimiento se realice con la pectina seca.

REFERENCIAS

- Attri, B. & Maini, S. (1996). Pectin from galgal (*Citrus pseudolimon* Tan.) peel. *Bioresource Technology*, 55, 89-91.
- Canteri, M., Moreno, L. & Wosiacki, G. (2012). Pectina: da matéria-prima aoproducto final. *Polimeros*, 22, 149- 157.
- Devia, J. (2003). Proceso para producir pectinas cítricas. *Revista Universidad EAFIT*, 39 (129), 1-9.
- Guerrero, G., Suarez, D., & Orozco, D. (2017). Implementación de un método de extracción de pectina obtenida del subproducto agroindustrial cascarilla de cacao. *Revista Temas Agrarios*, 22(1), 87-92.
- Hart, L. & Fisher, H. (1991). *Análisis moderno de los alimentos*. Zaragoza, España: Acribia.
- López, V., Muñoz, J. y Vélez, A. (2015). Uso de los ácidos cítricos y clorhídrico y sus efectos en las características fisicoquímicas de la pectina del albedo de maracuyá (*Passiflora edulis*). *Revista la técnica*, 15, 90-99.
- Vargas, L., Forero, J., & Niño, M. (2017). Evaluación de la pectina extraída enzimáticamente a partir de las cáscaras del fruto de cacao (*Theobroma cacao* L.). *Rev. UDCA*, 20, 131-138.