



**Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.**

**LUIS FREDY HIGUERA TARAZONA**

Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD  
Escuela de ciencias básicas, tecnología e ingeniería (ECBTI)  
Programa de Química  
Bogotá, Colombia  
2019

**Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.**

**LUIS FREDY HIGUERA TARAZONA**

Proyecto de investigación como requisito parcial para optar al título de:  
**Químico**

Asesor:

**RAFAEL ANDRÉS RAMÍREZ ALVARADO**

I.A MsC en Ingeniería Agrícola

Línea de Investigación: Análisis y síntesis química.

Grupo de Investigación: GIEPRONAL

Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD  
Escuela de Ciencias Básicas, Tecnología e Ingeniería (ECBTI)

Programa de Química

Bogotá, Colombia

2019

## **Dedicatoria**

*A Dios todo poderoso, primeramente, mi salvador personal por darme las virtudes, fuerzas y fortalezas para no desfallecer en mi intento, también por la gran y oportunidad de vivir y poder disfrutar de sus bendiciones y la gran experiencia de haber desarrollado con éxito mi carrera. A mi madre por su apoyo incondicional quien siempre ha estado a mi lado compartiendo conmigo el sueño de desarrollar esta carrera. A Sara Jazmín Díaz mi esposa, por su amor incondicional, por el tiempo que ha dedicado, las fuerzas ánimos y apoyo brindado. A mis hijos Bryan Steven y Laura Sofía, por ser el gran motor que mueve mi vida y por ser la gran inspiración y fuerza que ayudaron a trabajar con más ánimo en esta carrera. A mis familiares, amigos y compañeros de estudio y de trabajo por estar pendientes de mí en todo momento quienes aportaron un granito de arena para llegar a este éxito.*

*Luis Higuera*

## **Agradecimientos**

Al director y asesor de mi proyecto de investigación Rafael Andrés Ramírez Alvarado, quien con sus apropiadas orientaciones y asesorías me permitió llevar a cabo con éxito esta investigación, aportando sus conocimientos, tiempo y enseñanzas contribuyendo a enriquecer el desarrollo y aplicación de esta investigación.

A todos los profesores del mundo por su gran labor, por los conocimientos aportados los cuales permitieran alcanzar los objetivos de innumerables investigaciones y el sueño de convertir a los estudiantes en futuros profesionales útiles a la sociedad.

A la Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD por permitirme ser integrante de esta maravillosa institución, abrirme sus puertas para desarrollar y cumplir mi carrera.

## Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo la extracción, caracterización y optimización del proceso para obtención de pectinas asistido por microondas, provenientes de residuos orgánicos del flavedo y albedo de la naranja (*Citrus sinensis*) variedad común. La fase experimental desarrolló un arreglo factorial no balanceado, ya que los factores planteados no tienen la misma cantidad de niveles, utilizándose tres factores denominados estado fenológico del fruto denominados amarillo # 1 y verde # 2; potencia del microondas (50% y 100%) y tiempo de extracción (2,5 minutos, 5 minutos y 7,5 minutos). El análisis estadístico se realizó mediante el software statgraphics con un análisis de varianza ANOVA y la optimización se aplicó la metodología de superficie de respuesta. En el análisis estadístico, los valores de p resultaron superiores a 0,05, para las variables rendimiento y potencia, tiempo de extracción y estado fenológico, en todas sus interacciones, por tanto, se determinó la no existencia de diferencias estadísticamente significativas sobre el rendimiento de pectina. Sin embargo, los resultados obtenidos en la presente investigación son superiores a los reportados por la literatura investigada, en comparación obtuvimos un promedio de rendimiento de 2,3 % y en la literatura según Durán (2014), reporta un rendimiento de extracción de 1,25 %, bajo las mismas condiciones experimentales.

El resultado de la extracción en estado fenológico amarillo # 1, potencia 100 % y tiempo de extracción 7,5 minutos presentó mayor rendimiento con un valor de  $2,3 \pm 0,0$  % en base húmeda, con mejores niveles para el contenido de metoxilo de  $11,3 \pm 0,3$  % en base húmeda y grado de esterificación de  $76,1 \pm 2,0$  en base húmeda, siendo estos valores característicos similares a los requeridos en la industria de alimentos.

La pectina obtenida en estado fenológico escala de color #1, potencia 100 % y tiempo de extracción de 7,5 minutos fue la de mejor calidad según los valores de metoxilación de  $76,1 \pm 0,7$  % en base húmeda y esterificación de  $12,3 \pm 0,1$  % en base húmeda, con

rendimiento de  $2,3 \pm 0,1$  % en base húmeda, siendo superior a los parámetros establecidos para la calidad de pectinas.

Las muestras obtenidas presentan bandas y picos representativos de las pectinas comerciales como el grupo carboxilato  $-\text{COO}^-$ , anillos benzoicos, grupo C-O, grupo carbonilo, grupos ácido carboxílico  $\text{R-COOH}$ , grupo hidroxilo  $-\text{OH}$ . De acuerdo con la metodología de superficie de respuesta las condiciones óptimas para un método eficaz de extracción de pectina son: tiempo de extracción de 7,5 minutos, con una potencia del 100 %, estado fenológico de color verde # 2, debido a que posee características como alto grado esterificación y alto porcentaje de metoxilo, características que la hacen apta para ser destinada a industria de alimentos.

**Palabras clave:** Residuos, cítricos, aditivos alimentarios.

## Abstract

The present work had as objective the extraction, characterization and optimization of the process for obtaining pectin's assisted by microwaves, coming from organic residues of the flavedo and albedo of the orange (*Citrus sinensis*) common variety. The experimental phase developed an unbalanced factorial arrangement, since the proposed factors do not have the same amount of levels, using three factors called phenological state of the fruit called yellow # 1 and green # 2, microwave power (50% and 100%) and extraction time (2.5 minutes, 5 minutes and 7.5 minutes). Statistical analysis was performed using statgraphics software with an ANOVA variance analysis and optimization applied the response surface methodology. In the statistical analysis for the optimization process, the values of p were higher than 0.05, for the variables yield and power, extraction time and phenological state, in all their interactions, therefore, it was determined that there were no statistically significant differences on the yield of pectin. However, the results obtained in the present investigation are superior to those reported by the investigated literature, in comparison we obtained an average yield of 2, 3 % and in the literature according to Durán (2014), it reports an extraction yield of 1,25 %, under the same experimental conditions.

The result of the extraction in phenological state yellow # 1, power 100 % and extraction time 7.5 minutes presented a higher yield with a value of  $2.3 \pm 0.0$  % in wet basis, with better levels for the methoxyl content of  $11.3 \pm 0.3$  % in wet basis and degree of esterification of  $76.1 \pm 2.0$  in wet basis, being these characteristic values similar to those required in the food industry.

The pectin obtained in phenological state, colour scale #1, 100 % power and extraction time of 7,5 minutes was the best quality according to the methoxylation values of  $76,1 \pm 0,7$

% in wet base and esterification of  $12,3 \pm 0,1$  % in wet base, with yield of  $2,3 \pm 0,1$  % in wet base, being superior to the parameters established for the quality of pectin's.

The obtained samples present representative bands and peaks of the commercial pectin's such as the carboxylate group  $-\text{COO}-$ , benzoic rings, C-O group, carbonyl group, carboxylic acid groups  $\text{R-COOH}$ , hydroxyl group  $-\text{OH}$ . According to the response surface methodology, the optimal conditions for an effective pectin extraction method are: extraction time of 7.5 minutes, with a power of 100 %, green phenological state # 2, due to the fact that it has characteristics such as high esterification degree and high methoxyl percentage, characteristics that make it suitable for use in the food industry.

**Keywords:** Residues, citrus fruits, food additives.



# Contenido

	<b>Pág.</b>
<b>1. Planteamiento del problema</b> .....	<b>19</b>
<b>2. Justificación</b> .....	<b>21</b>
<b>3. Objetivos</b> .....	<b>24</b>
3.1    Objetivo general .....	24
3.2    Objetivos específicos .....	24
<b>4. Fundamentación conceptual</b> .....	<b>25</b>
4.1    Generalidades de la naranja .....	25
4.2    Aplicaciones de la pectina .....	26
4.3    Sitios específicos para localización de pectinas en frutos.....	26
4.4    Estructura de la pectina.....	28
4.5    Características fisicoquímicas de las pectinas.....	29
4.6    Métodos de extracción de pectinas .....	31
4.6.1    Hidrólisis ácida .....	31
4.6.2    Método de extracción de pectina mediante intercambio iónico.....	32
4.6.3    Extracción asistida por microondas.....	32
4.7    Parámetros estándar de las pectinas comerciales .....	33
<b>5. Materiales y métodos</b> .....	<b>36</b>
5.1    Proceso de extracción.....	38
5.2    Protocolo del proceso de extracción de pectina .....	38
<b>6. Diseño experimental</b> .....	<b>42</b>
6.1    Caracterización de pectinas obtenidas .....	44
6.2    Identificación de las pectinas obtenidas .....	44
6.3    Presencia de azúcar en las pectinas obtenidas.....	44
6.4    Variables de ensayo.....	45
6.5    Determinación de pH:.....	46

10	Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (Citrus sinensis) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.	
6.6	Grado de esterificación. ....	46
6.7	Contenido de metoxilo.....	46
6.8	Análisis estadístico.....	47
<b>7.</b>	<b>Resultados y discusión .....</b>	<b>48</b>
7.1	Pruebas preliminares .....	48
7.2	Rendimiento de extracción.....	49
7.3	PH de la pectina obtenida. ....	51
7.4	Grado de esterificación .....	54
7.5	Grado metoxilo.....	56
7.6	Análisis de espectro infrarrojo (FT-IR).....	59
<b>8.</b>	<b>Optimización del proceso de extracción .....</b>	<b>70</b>
8.1	Optimización variable rendimiento.....	70
8.2	Optimización variable pH.....	74
8.3	Optimización variable grado de esterificación.....	78
8.4	Optimización variable porcentaje de metoxilo.....	81
<b>9.</b>	<b>Conclusiones.....</b>	<b>85</b>
<b>10.</b>	<b>Recomendaciones.....</b>	<b>87</b>
<b>11.</b>	<b>Anexos .....</b>	<b>89</b>
<b>12.</b>	<b>Bibliografía .....</b>	<b>93</b>

## Lista de Ilustraciones

	<b>Pág.</b>
Ilustración 1 Microfotografía electrónica de barrido. del albedo de un fruto de naranjo. ....	26
Ilustración 2. Estructura básica de la pectina. ....	28
Ilustración 3 Clasificación de la naranja según norma técnica colombiana, NTC 5210. ....	36
Ilustración 4. Montaje para extracción de pectina asistida por microondas. ....	37
Ilustración 5. Resultados para rendimiento. ....	50
Ilustración 6. Resultados de la determinación de pH de pectina obtenida. ....	52
Ilustración 7. Resultados de la determinación de grado de esterificación. ....	55
Ilustración 8. Resultados determinación de metoxilo de pectina obtenida. ....	57
Ilustración 9. Espectro infrarrojo tratamiento EV150P5, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 2,5 minuto, potencia del 50 %).....	60
Ilustración 10 Espectro infrarrojo tratamiento EV150P10, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 2,5 minuto, potencia 100 %). ....	60
Ilustración 11 Espectro infrarrojo tratamiento EV300P5, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 5 minuto, potencia 50 %). ....	61
Ilustración 12. Espectro infrarrojo tratamiento EV300P10, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 5 minuto, potencia 100 %). ....	61
Ilustración 13. Espectro infrarrojo tratamiento EV450P5, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 50 %).....	62

Ilustración 14 .Espectro infrarrojo tratamiento EV7, 5P10, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 100 %)	62
Ilustración 15 Espectro infrarrojo tratamiento EA150P5, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 2,5 minutos, potencia 50 %)	63
Ilustración 16. Espectro infrarrojo tratamiento EA150P10, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 2,5 minutos, potencia 100 %)	63
Ilustración 17 Espectro infrarrojo tratamiento EA300P5, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 5 minutos, potencia 50 %).	64
Ilustración 18 Espectro infrarrojo tratamiento EA300P10, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 5 minutos, potencia 100 %)	65
Ilustración 19 Espectro infrarrojo tratamiento EA450 P5, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 50 %)	65
Ilustración 20 Espectro infrarrojo tratamiento EA7, 5 P10, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 100 %)	66
Ilustración 21 Diagrama de superficie: Rendimiento coloración amarillo.	71
Ilustración 22 Diagrama de superficie: Rendimiento coloración verde.	73
Ilustración 23 Diagrama de superficie: PH, coloración amarillo.	75
Ilustración 24 Diagrama de superficie: pH, coloración verde.	76
Ilustración 25 Diagrama de superficie: Grado de esterificación, coloración amarilla.	79
Ilustración 26 Diagrama de superficie: Grado de esterificación, coloración verde.	80
Ilustración 27 Diagrama de superficie: porcentaje de metoxilo, coloración amarilla.	82
Ilustración 28 Diagrama de superficie: Porcentaje de metoxilo, coloración verde.	83

## Lista de tablas

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Parámetros de pureza pectinas permitidas por la FDA y la IPPA.....	35
Tabla 2 Protocolo de proceso de extracción de pectina cítrica.....	38
Tabla 3. Diseño experimental propuesto para el proyecto.....	42
Tabla 4. Determinación de presencia de azúcares en la pectina obtenida.....	45
Tabla 5. Resultados de rendimiento pruebas preliminares HAM.....	48
Tabla 6. Resultados de rendimiento obtenidos.....	49
Tabla 7. Resultados de la determinación de pH de pectina obtenida.....	52
Tabla 8. Resultados grado de esterificación de pectina obtenida.....	54
Tabla 9. Resultados de metoxilo de pectina obtenida.....	56
Tabla 10 Resultados análisis ANOVA de rendimiento.....	70
Tabla 11 Optimización variable Rendimiento coloración (amarillo).....	72
Tabla 12 Optimización variable Rendimiento coloración (verde).....	73
Tabla 13 Resultados análisis ANOVA de pH.....	74
Tabla 14 Optimización variable PH coloración (amarillo).....	76
Tabla 15 Optimización variable PH coloración (verde).....	77
Tabla 16 Resultados análisis ANOVA de grado de esterificación.....	78
Tabla 17 Optimización variable grado de esterificación coloración (amarillo).....	79
Tabla 18 Optimización variable grado de esterificación coloración (verde).....	81
Tabla 19 Resultados análisis ANOVA de porcentaje de metoxilo.....	81
Tabla 20 Optimización variable grado de esterificación coloración (amarillo).....	83
Tabla 21 Optimización variable grado de esterificación coloración (verde).....	84

## Lista de Símbolos y abreviaturas

### Símbolos con letras latinas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
$N$	Normalidad		Medida de la concentración de una solución
$M$	Molaridad		Número de moles de soluto por cada litro de disolución
$V$	Volumen	L, ml,	Litros, mililitros
$W$	Potencia	J/s	Unidad de medida de potencia

### Símbolos con letras griegas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
&	"y"		Conector gramático
$\alpha$	Partícula alfa	4 uma	núcleos completamente ionizados
$\beta$	Partícula beta		radiación beta

## Subíndices

<b>Subíndice</b>	<b>Término</b>
Bm	Materia orgánica
DR	Dubinin-Radushkevich
E	Experimental

## Abreviaturas

<b>Abreviatura</b>	<b>Término</b>
HCl	Ácido clorhídrico
cm	Centímetro
EAM	Proceso de extracción de pectina asistido por microondas
Grs	Gramos
Mg	Miligramos
Min	Minutos
Seg	Segundos
PPP	Partes por millón
HM	Pectina de alto metoxilo
HL	Pectina de bajo metoxilo
PH	Potencial de hidrogeno
RPM	Revoluciones por minuto
%	Porcentaje
O	Oxigeno

---

ANOVA	Análisis de varianza
LSD	Prueba de comparación
#	Numeral
MSR	Método de superficie de respuesta
NSI	Sistema internacional de numeración de aditivos alimentarios
NTC	Norma técnica colombiana
ICONTEC	Instituto colombiano de normas técnicas
HPLC	Cromatografía líquida de alta resolución
KBr	Bromuro de potasio
FT IR	Espectrometría de infrarrojo por transformada de Fourier
1.LT	Termodinámica



## Introducción

La pectina es un tipo de polisacárido que se encuentra ubicado en las paredes celulares de las plantas especialmente en las frutas, es utilizado para la elaboración de productos gastronómicos y cosméticos, sus principales fuentes de obtención son las cáscaras de cítricos y la pomaza de manzana, sin embargo, se han identificado fuentes alternativas para su obtención como lo son la cáscara de mango, el nopal y el maracuyá, (Rojas & Stashenko 2009).

La pectina constituye un ingrediente muy importante en la industria de los alimentos a nivel mundial debido a la alta demanda y numerosas aplicaciones en la industria de los alimentos gracias a su capacidad para formar geles, actúa como agente emulsificante, espesante y estabilizante por esta razón se emplea en la fabricación de gelatinas, helados, mermeladas y otros alimentos, también en la manufactura de fármacos como excipiente en diversas formas farmacéuticas para modular la liberación de moléculas activas, (Devia , 2013).

Colombia no se destaca en la producción de pectinas, estas son provenientes de países como México, Brasil y Chile, debido a que no existen productores locales que satisfagan la demanda de este producto. La baja producción de pectina en el país se debe a factores que afectan la rentabilidad de producción como lo son el alto costo de los reactivos y el desconocimiento de métodos adecuados para la extracción, situación que genera costos de fabricación que no pueden ser cubiertos por el volumen de pectina obtenido (Zegada & Franco, 2015).

Debido a estas razones, para esta investigación fue seleccionado el fruto de naranja, debido a que en la actualidad es una de las fuentes primarias más utilizada para preparación de jugos y conservas, por consiguiente, es de fácil acceso y es muy común encontrar sus residuos en la industria alimenticia.

Fue seleccionado el exocarpio (flavedo y el albedo) de la naranja porque es la parte donde más se encuentran las sustancias pépticas convirtiéndose en la parte aprovechable para la obtención de pectinas, y los cuales representan un 46,2 % de los residuos orgánicos que llegan intactos a los rellenos sanitarios (Rubiano, 2017).

Para realizar el proceso de extracción de pectinas a partir de subproductos vegetales existe diferentes métodos, como la extracción asistida por microondas la cual ha tenido gran acogida en la actualidad, debido a las múltiples ventajas que esta presenta frente a las técnicas de extracción tradicional, razón por la cual fue aplicado al proceso de extracción de pectina en esta investigación.

## 1. Planteamiento del problema

Cada año en Colombia se producen 38,200 toneladas de residuos orgánicos, que en su mayoría (68.2 %), (Ministerio de ambiente, 2018), son provenientes de las industrias y fábricas de bebidas y alimentos cítricos y su disposición final vigente consiste en dejarla en descomposición en los vertederos o rellenos sanitarios, pero los que existen en la actualidad no bastan para contener toda la cantidad generada, muchos de estos residuos orgánicos no reciben algún tipo de reciclaje o proceso adecuado de descomposición y muchos de ellos se transforman en materiales altamente peligrosos debido a que procede de procesos industriales estos salen con algún tipo de sustancias y compuestos químicos adheridos que al ser dispuestos sin el control necesario producen reacciones químicas y biológicas entre los constituyentes de la materia orgánica convirtiéndose en lixiviados que contaminan las fuentes hídricas subterráneas y la calidad del suelo, ocasionando desastres a la naturaleza irreversibles en la mayoría de los casos, (Minera, Seguridad; 2016).

Al no atender esta situación de forma adecuada, puede convertirse para el año 2030 en un problema de salud pública nacional, lo que hace urgente centrar nuestra atención en posibles soluciones que permitan mitigar estos efectos (Rubiano, 2017), por eso, es imperioso encontrar la manera disminuir la generación de estos residuos orgánicos con miras a impulsar el desvío y procesamiento de estos residuos sometiéndolos a un manejo que produzca beneficios en materia de suministro de productos y materias primas de distribución y consumo.

Muchos materiales que son destinados a la basura pueden resultar útiles para otro fin, por medio de su transformación de residuo orgánico en material industrial mediante algún procesamiento aplicable para generar productos farmacéuticos, cosméticos, domésticos e industriales o alimenticios, como por ejemplo la pectina cítrica, la cual es una materia

prima muy importante y necesaria en el ámbito alimenticio y en gran parte su procedencia es de origen de pericarpios de frutas cítricas que siempre son desechados como residuos, por esta razón se motivó a hacer esta investigación con base al aprovechamiento de los residuos orgánicos, centrando el estudio en la extracción de pectina cítrica y optimizar un proceso de extracción, debido a que la producción de pectina en el país es muy escasa y es obtenida artesanalmente, siendo su producción y comercialización un mercado inexplorado debido a los altos costos de producción y al precio de los suministros que requiere la extracción de la pectina son elevados, por lo que podemos darnos cuenta que el estudio de la obtención de pectina ha sido un tema de mucho interés.

De tal forma se pretende mediante esta investigación, evaluar el posible uso que se le puede brindar a los residuos orgánicos cítricos, con el fin de generar materias primas para la obtención de pectina a partir del flavedo y el albedo (pericarpio) o cáscaras de la naranja (*Citrus sinensis*) variedad común (de gran uso industrial) generadas mediante la extracción asistida por microondas, Identificando las características fisicoquímicas de rendimiento, pH, grado de esterificación y porcentaje de metoxilo adecuadas para ser utilizada en la industria de alimentos.

## 2. Justificación

En Colombia el aprovechamiento de los residuos orgánicos resolvería muchos problemas ambientales y generaría empresa, la importancia del aprovechamiento de los residuos orgánicos empieza a adquirir una mayor dimensión por el acelerado crecimiento urbanístico y la necesidad de reutilizar materias primas desechadas, lo que motivó a hacer una investigación cuyo tema central es el aprovechamiento de los residuos orgánicos.

Por ejemplo, los residuos cítricos contienen algunas sustancias de interés que al ser extraídos crean otros productos de gran utilidad, como lo son los colorantes, edulcorantes, aceites esenciales y aditivos alimenticios como por ejemplo la pectina cítrica.

Dadas las expectativas que se tienen en esta investigación, el proceso de extracción o producción de pectina sería una posible solución a la desmesurada generación de residuos orgánicos al brindarles este posible aprovechamiento.

Haciendo énfasis en la producción y comercialización de pectina en Colombia, este corresponde a una potencial industria que no se ha establecido a causa de los costos de producción elevados, debido al precio de los suministros que se requieren para la extracción de la pectina.

En este caso es fundamental generar o buscar nuevas tecnologías para optimizar los procesos de extracción de esta sustancia como lo es la técnica de extracción asistida mediante microondas, siendo el procedimiento más adecuado que permite lograr este objetivo, debido a que posee múltiples ventajas frente a los métodos de extracción tradicional, entre sus principales ventajas presenta una mejor facilidad en la manipulación, un tiempo de procesamiento corto, permitiendo el uso de solventes de más baja toxicidad o ningún solvente en absoluto, menos solvente o ningún solvente significa la reducción de

desechos en el proceso, esto también significa que a menores requerimientos de energía se conservarán más recursos no renovables y reducen emisiones de gases de invernadero en general la extracción de pectina asistida mediante Microondas, contribuye a la protección del medio ambiente en numerosos frentes, (Púa y Vallejo, 2015).

En esta investigación se propone trabajar el método EAM (Extracción Asistida por Microondas), debido a que los tiempos de extracción son menores (inferiores a 20 minutos en la hidrólisis) en comparación con los métodos convencionales que varían entre 30 y 360 minutos, diversos estudios del método EAM han presentado buenos resultados con tiempos de extracción totales menores a 15 minutos. Yeoh et al, (2008) obtuvo un rendimiento constante para tiempos que variaron entre 5 y 15 minutos, afirmando, además, que al aplicar la EAM durante 15 minutos obtuvieron la misma cantidad de pectina que se logra con una extracción de 3 horas por el método Soxlet.

Por su parte Fishman et al, (2000), aplicó el método de extracción por EAM con presión elevada, utilizando residuos de lima, con un tiempo de extracción que varió entre 2,5 y 15 minutos, obteniendo los mejores rendimientos para el rango de 2,5 a 6 minutos. No obstante a las ventajas del método EAM, relacionadas al ahorro de energía y tiempo, es importante mencionar que existen algunos peligros respecto al efecto de las ondas electromagnéticas en la estructura molecular y las células del material sobre el cual se aplican, por ejemplo, Zhongdong et al., (2006), realizaron un estudio de imagen a nivel microscópico, comparando la pectina extraída por los métodos de hidrólisis convencional y por la EAM, sus resultados demostraron que a una potencia de 1000 W durante 5 minutos de extracción, la radiación microondas tiene un efecto destructivo sobre la organización de la estructura del exocarpio de la naranja; efecto más intenso que el ocasionado mediante una extracción de 18 horas por el método convencional.

Al emplearse el calentamiento por microondas en la extracción, por el contrario, la muestra no se expone durante un periodo elevado a temperatura alta ni pH bajo, lo cual, podría mejorar la calidad de la pectina, (Malajovich, 2015). Por estas razones en la investigación se realizó la extracción de pectina mediante hidrólisis asistida por microondas al pericarpio de naranja (*Citrus sinensis*) variedad común.

Los resultados obtenidos en el proceso de investigación fueron interpretados mediante análisis estadístico, empleando el software statgraphics mediante análisis de varianza

ANOVA, empleando diagramas de superficie de respuesta (MSR) como método de optimización para el proceso de extracción, el presente estudio adicionalmente busca incentivar el uso de residuos orgánicos como potenciales materias primas, aplicar nuevas tecnologías más económicas y con menos efectos adversos al ambiente para la obtención de insumos que no se producen a escala industrial en el país.

De acuerdo con lo anterior, se definió la siguiente pregunta de investigación:

¿Son los residuos del exocarpio de naranja variedad común, una fuente promisoría de materia prima para la obtención de pectinas mediante el método de extracción asistido por microondas?

Ho: Los residuos del exocarpio de naranja variedad común, no son una fuente promisoría de materia prima para obtención de pectina.

Hi: Los residuos de exocarpio de naranja, si son una fuente promisoría de materia prima para obtención de pectina.

Según los resultados obtenidos en el proceso de extracción, se determinó el rechazo o aceptación de la hipótesis nula de los factores experimentales sobre las variables de respuesta, con un nivel de confianza del 95 %.

## 3. Objetivos

### 3.1 Objetivo general

Identificar las características fisicoquímicas de pectinas provenientes de residuos del exocarpio de naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, obtenidas mediante la extracción asistida por microondas, con el fin de validar su potencial uso como materia prima en la industria.

### 3.2 Objetivos específicos

- Determinar el rendimiento de extracción de pectina obtenida a partir de los residuos provenientes del flavedo y albedo de naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, mediante el método de extracción asistida por microondas.
- Identificar el efecto de la combinación entre niveles de las variables independientes como potencia, tiempo de extracción y estado fenológico, sobre las variables dependientes de extracción como: rendimiento, pH, porcentaje de metoxilo y grado de esterificación que permitan identificar la mejor combinación para calidad integral de la pectina.
- Validar los parámetros de extracción como la potencia y tiempo de extracción para material vegetal con el fin de aportar parámetros adecuados para la obtención de pectinas cítricas por el método de extracción asistida por microondas.



---

## 4. Fundamentación conceptual

### 4.1 Generalidades de la naranja

El naranjo, es un árbol originario del lejano oriente, específicamente de China, 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.

Descripción Y clasificación botánica de la planta y fruto de la variedad (*Citrus sinensis*): El naranjo es un árbol generalmente pequeño, que oscila entre 6 a 10 metros de altura, con una copa compacta, Única, con el tronco de color gris y liso, algunas veces espinoso. Las hojas son perennes, coriáceas, de un verde intenso y brillante, con forma oval o elíptico-lanceolada, con la base en forma de copa. 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. 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). Finalmente, posee una parte más interna y desarrollada, dividida en una serie de gajos. La piel externa se denomina Exocarpo o Pericarpio; la capa blanca se llama Mesocarpo, y el interior de la fruta que constituye la parte comestible es el Endocarpio, formado de siete a doce gajos carnosos que contienen vejigas rebosantes de zumo.

Clasificación botánica de la naranja.

Variedad: *Citrus sinensis*.

Reino: Plantae.

División: Anthophita.

Subdivisión: Angiospermas.

Clase: Dicotiledónea.

Familia: Rutaceae.

Subfamilia: Aurantiodeae.

Tribu: Citrienaes.

Subtribu: Citrinaes.

Género: Citrus.

Subgénero: Eucitrus.

Especie: sinensis.

Nombre común: Valencia, Victoria. (Rodríguez, 2004)

## 4.2 Aplicaciones de la pectina

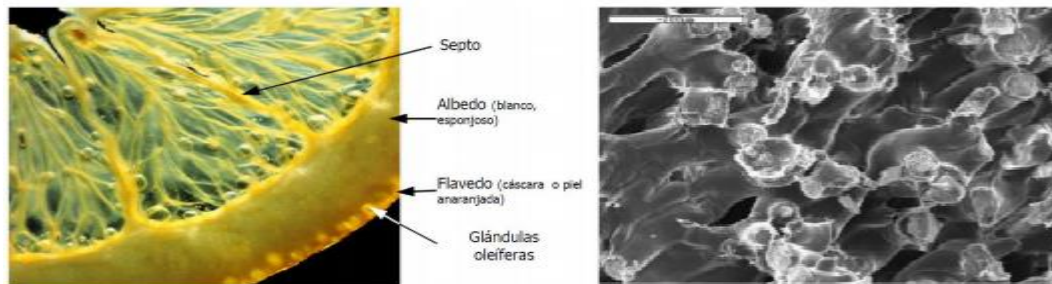
A nivel mundial, la pectina constituye un ingrediente muy importante en la industria de los alimentos gracias a su capacidad para formar geles, actúa como agente emulsificante, espesante y estabilizante, para la fabricación de gelatinas, helados, mermeladas y otros alimentos; también en la manufactura de fármacos como excipiente en diversas formas farmacéuticas para modular la liberación de moléculas activas, (Stashenko 2009).

En la industria cosmética las pectinas son empleadas como estabilizantes, gelificantes y espesantes naturales, útiles para la elaboración de geles y pastas en cosméticos y en la elaboración de plásticos. En resumen, la pectina es indispensable en innumerables procesos de producción (López et al, 2011).

## 4.3 Sitios específicos para localización de pectinas en frutos

La pectina se encuentra en la mayor parte de los tejidos vegetales de los frutos, específicamente en los tejidos parenquimáticos y meristemáticos. En ellos, las zonas más ricas en pectina corresponden a la pared primaria de las células y a la lámina media que las separa cumpliendo la función de adherente o cemento intercelular como se observa en la ilustración 1.

Ilustración 1 Microfotografía electrónica de barrido. del albedo de un fruto de naranja.



Tomado de Atmodjo, Hao y Mohnen, (2013).

La película interior blanca se encuentra en las paredes de segmento más interior; el albedo (15-30%) o capa esponjosa blanca, con una red de células parenquimatosas con numerosos espacios de aire, ricas en pectinas, firmemente adherida a la pared exterior del segmento y espesor (0,16 a 1,43 cm), rico en glucósidos, flavononas, principios amargos, y enzimas pépticas. Las células 84 parenquimáticas están poco especializadas, y su forma puede ser muy variable (más o menos isodiamétricas y facetadas, casi poliédricas o alargadas, lobuladas, entre otras).

En los frutos cítricos se presentan tres capas morfológicamente distintas, el epicarpio que constituye la porción coloreada, es decir, la corteza y se le conoce como flavedo, en este están las células que contienen los carotenoides, que les da el color característico a los distintos cítricos, por ejemplo, naranja, mandarina, pomelo, limón, etc. Las glándulas, de aceite también se encuentran en el flavedo formando las estructuras o celdillas más altas o pronunciadas en la corteza de los cítricos que contienen los aceites esenciales de cada especie, (Osmopharm, 2014).

La capa ubicada por debajo del epicarpio es el mesocarpio o el albedo, se caracteriza por ser una capa gruesa, de color blanco y de textura esponjosa, está compuesto por una gran cantidad de células parenquimáticas ricas en sustancias pépticas y hemicelulosas, estas envuelven completamente al endocarpio, que constituye la porción comestible de los cítricos. La combinación de albedo y flavedo es llamado pericarpio, y se lo conoce como corteza o cáscara, (Cerón, 2011).

Las principales fuentes de obtención de este polímero corresponden a subproductos de la industria alimentaria, por ejemplo, exocarpio de cítricos y la pomaza de manzana. Sin embargo, se han identificado fuentes alternativas para la obtención de pectina entre las que se encuentran el exocarpio de mango, de nopal y de maracuyá, (Rojas, 2009). En el

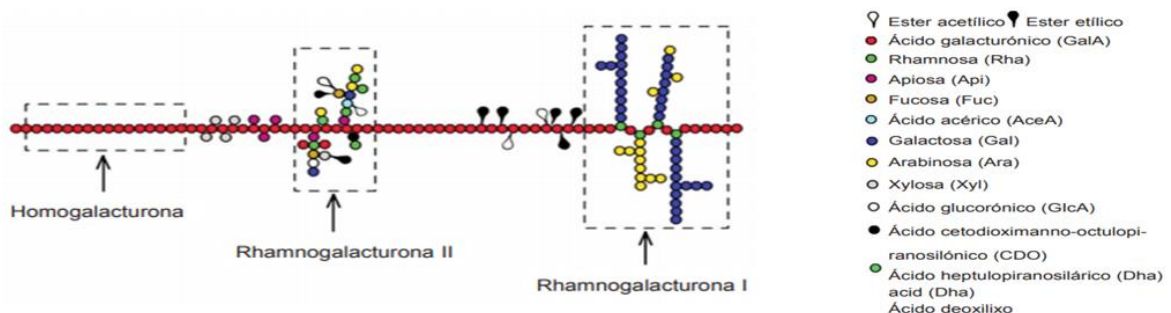
entorno comercial, se identifica a nivel mundial como principales productores empresas como: Herbstreith & Fox KG Pektin-Fabriken, Cargill, y CP Kelco el cual es el productor de pectina líder en el mundo según Naturex y Andre Pectin (IPPA International Pectin Producers Association), la mayoría de estas empresas son de procedencia mexicana y la extraen de frutas cítricas y de la manzana.

Como principales importadores de pectina a nivel nacional se encuentran las empresas pertenecientes al sector de alimentos como son Postobón, Quimerco, T Vapan 500 y Alpina, y como principales consumidores de pectina en la industria alimentaria colombiana se encuentran empresas como es el caso de Alpina y Conservas California, (García et al, 2011).

#### 4.4 Estructura de la pectina

La pectina está conformada por sustancias pépticas o mezclas complejas de polisacáridos que constituyen una tercera parte de la pared celular de las plantas dicotiledóneas y de algunas monocotiledóneas, el principal constituyente de la pectina o de los polisacáridos pépticos es el ácido o-galacturónico unido en cadenas por medio de enlaces glicosídicos  $\alpha$ -(1-4). Hay monómeros de ramnosa insertados en la cadena principal de residuos de ácido galacturónico, unidos al extremo reductor de los mismos por enlaces ( $\alpha$ -1,2), y al extremo no reductor del siguiente residuo urónico presenta enlaces ( $1\beta$ -4 $\alpha$ ). La ramnosa introduce un plegamiento en la que sería una cadena estirada. Otros monómeros presentes en las pectinas serían: galactosa, arabinosa, xilosa, ácido glucurónico y fructosa, (Zhongdong, L. Guohua, W., & yunchang, g. 2006), como se puede visualizar en la ilustración 2.

**Ilustración 2.** Estructura básica de la pectina.



---

Fuente, Tomado de Silva et al, (2008)

## 4.5 Características fisicoquímicas de las pectinas

Las propiedades fisicoquímicas como el pH, afectan las pectinas cuando están disueltas en sistemas acuosos; a pH 4 estos compuestos presentan mayor estabilidad, a mayor o menor pH ocurren procesos de desesterificación y despolimerización,; por su parte la despolimerización a valores bajos de pH ocurre por medio de hidrólisis catalítica ácida de uniones glicosídicas, preferentemente ramnopiranosil y L-arabinofuranosil, la hidrólisis de estas uniones produce cadenas de galacturonoglicanos con un grado de polimerización de alrededor de 25 %, con valores de pH de 5-6, las soluciones de pectina son estables solamente a temperatura ambiente, con valores de pH superiores a 6, la desesterificación y despolimerización son reacciones rápidas aún a temperatura ambiente, (Valenzuela, 2014).

El grado de esterificación es una de las características químicas de las pectinas que influyen en la fuerza del gel, por lo tanto, el grado de esterificación es un factor clave para determinar la conformación y las propiedades reológicas de las pectinas. El grado de esterificación también está relacionado con la formación del tipo de gel, a mayor grado de esterificación mayor serán las interacciones hidrofóbicas, por lo que el gel será más fuerte. Además, un alto grado de esterificación conlleva una mayor temperatura de gelificación, por eso se llaman pectinas ultrarrápidas, (Hwang, Kontominas, Kokini, 1992).

La función de las pectinas como fibra y como agente espesante en los alimentos, están determinados en gran medida por el grado de metoxilación de los grupos carboxílicos cuando están por encima del 50%, pueden ser empleadas en el procesamiento de mermeladas, confituras y jaleas, debido a la facilidad con la que se gelifican. Los mecanismos de la gelificación de las pectinas dependen del grado de metoxilación, ello debido a interacciones hidrofóbicas y a los puentes de hidrógeno entre las moléculas de la pectina especialmente a bajo pH ( $\approx 3$ ) y con alto contenido de azúcar. (Silva, 2008).

Por el contrario, las pectinas de bajo metoxilo forman geles en presencia de calcio u otros cationes divalentes en un amplio rango de pH con o sin azúcar, la gelación de las pectinas de bajo metoxilo ocurre como consecuencia de la interacción entre los iones de calcio y

los grupos carboxilos de las cadenas de las pectinas, debido a su bajo contenido de azúcar, las pectinas de bajo metoxilo tienen muchas aplicaciones en alimentos bajos en calorías y en alimentos dietéticos, estas pectinas son ampliamente usadas en las industrias alimentaria, cosmética y farmacéutica, como estabilizante y como agente quelante, son empleadas además como agentes estabilizantes en la industria láctea, donde la principal función es actuar como un hidrocoloide protector junto con la caseína a bajo pH (Chasquibol, 2010).

---

## 4.6 Métodos de extracción de pectinas

Existen diferentes métodos para realizar la extracción de pectinas a partir de productos vegetales, este proceso ha sido objeto de muchos trabajos de investigación, en donde se plantean las posibilidades a favor y en contra de utilizar ciertas materias primas y métodos para la obtención de pectina. Algunas desventajas tales como que el proceso muchas veces se considera lento o que las fuentes de extracción no resultan ser provechosos y bajos rendimientos de obtención de pectina. A pesar de estas desventajas, el proceso de obtención de pectina, se ve compensado con el alto costo de la misma en el mercado y la diversidad de usos que se le puede dar. Sin embargo, el estudio de la obtención de pectina ha sido un tema de mucho interés para los investigadores debido a su característica de proyecto sostenible en relación con el medio ambiente, Araque (2013).

### 4.6.1 Hidrólisis ácida

El método de extracción de pectina más empleado corresponde a hidrólisis ácida, en este método la pectina se extrae a alta temperatura, hidrolizando la pectosa en la pectina a nivel comercial. Este método está compuesto por dos pasos: primero la hidrólisis de la pectosa en la pectina usando ácidos y segundo precipitando las pectinas mediante el uso de etanol. Sin embargo, los tratamientos con ácido tienen desventajas como la introducción de cambios no deseables en sus propiedades fisicoquímicas y funcionales como inestabilidad en la viscosidad y gelificación, sin mencionar sus altos requerimientos energéticos, (Charchalac, 2008), debido a esto, se han implementado nuevos métodos teniendo una gran acogida en la actualidad la extracción asistida por microondas (Devia, 2013).

El método de extracción de pectina más empleado a nivel mundial corresponde a la hidrólisis ácida, consiste en la hidrólisis de la protopectina (insoluble) y se transforma en ácido pectínico, el cual es soluble. Se concentran los jugos resultantes para luego tratarse con alcohol para precipitar la pectina purificada. El coágulo formado se lava, se prensa, se seca al vacío y finalmente se muele hasta obtener un polvo fino. Se espera que el grado de esterificación resulte entre 55 y 75% para pectinas de metoxilo alto (HM) y serán

necesarios procesos adicionales para convertirlas en bajo metoxilo (LM). El HM se utiliza para alimentos con alto contenido de carbohidratos para permitir su correcta solubilidad, pero debido al crecimiento de demanda de productos por ejemplo mermeladas bajas en azúcar, ha crecido la demanda de pectinas LM, Ospina (2004), Sin embargo, los tratamientos con ácido tienen varios inconvenientes como el prolongado tiempo de la hidrólisis, y la introducción de cambios no deseables en sus propiedades fisicoquímicas y funcionales, sin mencionar sus altos requerimientos energéticos y los residuos que se generan provocan una elevada contaminación ambiental, Charchalac (2008).

#### **4.6.2 Método de extracción de pectina mediante intercambio iónico.**

Este método tradicional consiste en hacer reaccionar una suspensión acuosa de una fibra comestible con una solución de un metal alcalinotérreo y luego separar la suspensión resultante en una fracción sólida rica en pectina y la fracción líquida con menor contenido de ésta, El material obtenido se hace pasar por una columna de intercambio iónico para cambiar los iones  $H^+$  por los iones metálicos agregados previamente, y proceder a recuperar la pectina, sin embargo por este método de extracción tiene la posibilidad de incrementar una apreciable degradación de las pectinas extraídas. Devia (2002).

#### **4.6.3 Extracción asistida por microondas.**

Este método de extracción presenta grandes ventajas en comparación a los métodos de extracción ya descritos, ventajas como por ejemplo: tiempos de procesamiento más cortos, bajos requerimientos de energía y menor costo de producción, que permite además disminuir los efectos adversos que influyen en su calidad, esta tecnología de microondas promueve la eficiencia en la recuperación de pectina, obteniendo altos rendimientos, de igual manera, las características fisicoquímicas de la pectina obtenida por esta tecnología son mejores a las obtenidas con la extracción convencional, Fishman



---

(2000), El principio básico de los procesos asistidos por microondas, cuando se utilizan en la fase líquida, es el hecho de que la energía de microondas se aplica a una muestra que es sumergida en un solvente que es transparente a las microondas (o relativamente transparente a las microondas, comparadas con la misma muestra). La matriz es expuesta a la energía de microondas, se calienta y libera el compuesto objetivo en el medio del entorno relativamente frío. Esto representa muchas ventajas cuando se compara con métodos convencionales, utiliza poco solvente o ninguno; requiere significativamente menos energía y tiempo para llevar a cabo el experimento y produce rendimientos de extracción aumentados, así como pureza de extracción. (García Núñez Jesús A, J.R. Jocelyn Paré, Vol. 2 1 No. Especial, Tomo 2, 2000)

En general, el EAM contribuye a la protección del medio ambiente en numerosos frentes. Permite el uso de solventes de más baja toxicidad o ningún solvente en absoluto. Menos solvente o ningún solvente significa la reducción de desechos en el proceso. Esto también significa que los menores requisitos de energía conservan recursos no renovables y reducen emisiones de gases de invernadero, Púa y Vallejo (2015).

#### 4.7 Parámetros estándar de las pectinas comerciales

De acuerdo con los entes de control, diseño e implementación y producción de productos alimenticios como la FDA (Food and Drug Administration), Administración de Medicamentos y Alimentos y el sistema internacional de numeración de aditivos alimentarios (INS), la pectina es identificada como un aditivo alimentario utilizado como espesante y gelificante y/o agente de recubrimiento (Púa, 2015). El **INS** es un sistema de nombres basado en Europa pero estandarizado a nivel mundial para aditivos alimentarios, destinado a proporcionar una breve designación de lo que puede ser un nombre real extenso y designa a la pectina como pectina E-440, (ANM, 2013). Según el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, ICONTEC, de acuerdo con la Norma Técnica Colombiana NTC 1582, referente a industrias alimentarias, emulsificantes, estabilizantes y espesantes, establece y reglamenta parámetros de control, define en esta

34      Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (Citrus sinensis) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.

---

norma a las pectinas como espesante y estabilizante, (ICONTEC, 2001). Las especificaciones de los procesos de caracterización de pureza para pectinas con los niveles límites de trazas y compuestos asociados y parámetros que son permitidos de acuerdo con la FDA y la IPPA se visualizan en la tabla 1.

**Tabla 1.** Parámetros de pureza pectinas permitidas por la FDA y la IPPA.

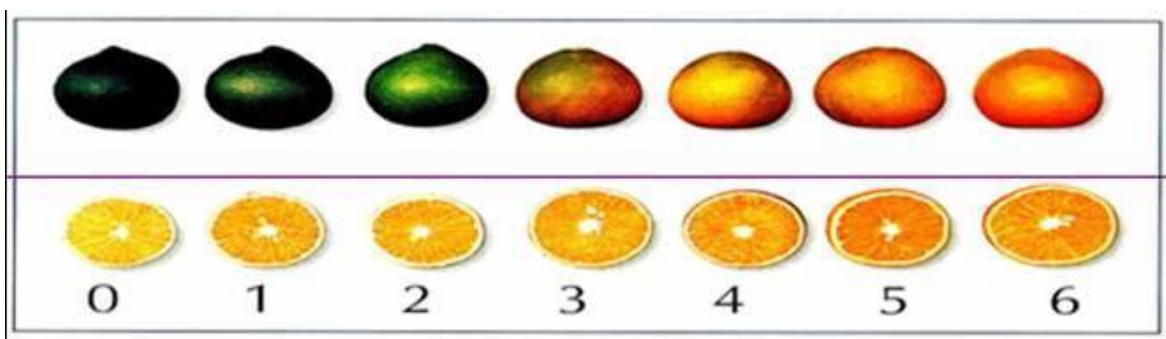
<b>Especificación</b>	<b>Magnitud</b>
Perdida por secado:	No más de 12.0% (105 ° C, 2 h);
Dióxido de azufre:	No más de 50 mg / kg;
Ceniza insoluble en ácido.	No más de 1.0%;
Materiales insolubles:	No más de 3.0% en álcali más secuestrante.
Trazas de Metanol, etanol e isopropanol libres:	No más del 1.0% individualmente o en combinación.
Contenido de nitrógeno:	No más del 2.5% después del lavado con ácido y etanol.
Arsénico	No más de 3 mg / kg
Plomo	No más de 5 mg / kg
Cadmio	No más de 1 mg / kg
Mercurio	No más de 1 mg / kg
Metales pesados (como plomo)	No más de 20 mg / kg
Ácido galacturónico	menos del 65% calculado sobre las bases secas y sin cenizas
Grado de amidación	No más del 25% de los grupos carboxílicos totales de pectina

Fuente, Autor.

## 5. Materiales y métodos

Se empleó como materia prima el flavedo y albedo de la naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, a los residuos recolectados se les realizó un proceso de selección del pericarpio que cumplía con los dos estados fenológicos seleccionados y diferenciados mediante inspección visual por coloración (amarillo: 1 y verde: 2) según norma técnica colombiana NTC 5210, estos residuos orgánicos fueron obtenidos del mercado local de jugos de naranja, en la ciudad de Bogotá. Este proyecto fue desarrollado en el laboratorio multipropósito del CEAD José Celestino Mutis de la Universidad Nacional Abierta y a Distancia (UNAD). La selección del pericarpio de naranja se basó en la ilustración como se visualiza en la ilustración 3.

**Ilustración 3** Clasificación de la naranja según norma técnica colombiana, NTC 5210.

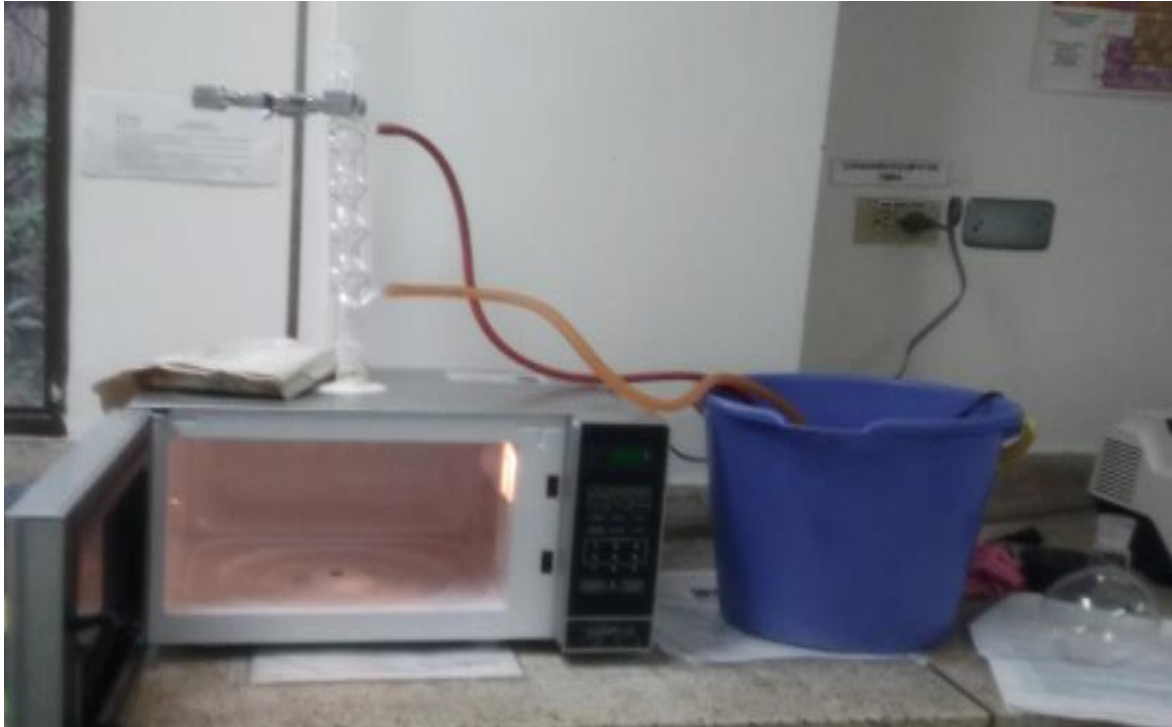


Fuente, (Aristizabal, 2009).

El pericarpio de naranja seleccionado fue sometido a un proceso previo a la extracción, en el cual se realizó limpieza y desinfección con hipoclorito al 5 %, mediante varios lavados según la metodología descrita por Torres et al, (2013).

Para el proceso de extracción fue seleccionado el método de extracción asistida por microondas (EAM), ya que es una tecnología nueva la cual aparenta y promete eficacia para la obtención de pectina, (Wang et al., 2007), el montaje o adecuación del sistema de EAM, se visualiza en la ilustración 4.

**Ilustración 4.** Montaje para extracción de pectina asistida por microondas.



Fuente: Autor.

Para evaluar las propiedades físicas y químicas de la pectina obtenida como el pH, se realizaron lecturas de pH a todas las muestras de pectinas obtenidas y a la pectina comercial, el grado de esterificación de la pectina obtenida se determinó a través de titulación con NaOH 0.1M, de acuerdo con la metodología según Zouambia & Ettoumi, (2014), el porcentaje de metoxilo se calculó a partir de la ecuación presentada por Betancourt & Moreno, (2009).

Se aplicó dicha ecuación a los resultados arrojados en la técnica de porcentaje de esterificación de pectina obtenida, la presencia de azúcares se determinó mediante la prueba de Fehling, que se utiliza para la determinación de azúcares reductores, en la pectina obtenida según metodología de Loren, (2015).

Para la identificación de la pectina y a establecer las diferencias y similitudes entre las muestras de pectinas obtenidas versus pectina patrón o pectina comercial en esta investigación se aplicó el análisis de Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) de acuerdo con el procedimiento establecido por Manrique, (2002).

Para el cálculo de rendimiento de pectina obtenida se utilizó, la ecuación (2) de acuerdo con Li, Jia, Wei & Liu, (2012).

La descripción completa de estas metodologías para evaluar las propiedades físicas y químicas de la pectina obtenida, se encuentran en el capítulo 6. Diseño experimental en el ítem 7.2 variables del ensayo.

## 5.1 Proceso de extracción

Se aplicó el protocolo para el proceso de extracción de pectina que se puede visualizar en la tabla 2.

## 5.2 Protocolo del proceso de extracción de pectina

**Tabla 2** Protocolo de proceso de extracción de pectina cítrica.

Actividad	
Paso	
1	<b>Preparación de la materia prima</b>
1.1	Se recolecto y selecciono la materia prima (flavedo y albedo) de la naranja ( <i>Citrus sinensis</i> ) variedad común seleccionando las cáscaras de la naranja que cumplieran con dos estados fenológicos por coloración (amarillo # 5 y verde # 2).
1.1.1	Se seleccionó la corteza de la naranja dejando como materia prima de trabajo el flavedo y albedo.
1.2	<b>Proceso de lavado</b>
1.2.1	Se depositó la muestra seleccionada en un recipiente con agua e hipoclorito al 5 %, y se lavó la muestra con abundante agua (agua pura) repitiendo este proceso hasta que la muestra estuvo libre de sólidos, color y demás residuos.

1.2.2	Se dejó escurrir la muestra al aire libre hasta que se eliminó el exceso de agua.
1.2.3	Se redujo el tamaño de la muestra o flavedo y albedo a 4 - 6 cms <sup>2</sup> aproximadamente.
1.3.	<b>Proceso de inactivación enzimática y desinfección.</b>
1.3.1	Fue depositada la muestra en un recipiente plástico y se adicionó agua acidulada con HCl comercial marca Merck con concentración 0.001M en una proporción de 6:1.
1.3.2	Se calentó la mezcla anterior a 80°C durante 15 min, con este procedimiento se impide la acción de la pectinesterasa y la poligalacturonasa y se desinfecta la muestra.
1.3.3	Se realizaron varios lavados con agua a la fase solida hasta que no se detectaron solidos solubles y se filtraron las cáscaras con un tamiz hasta eliminar el exceso de agua.
2	<b>Preparación equipos de extracción</b>
2.1	Se acondicionó el sistema de extracción de pectina mediante un horno microondas comercial convencional de 700 watts de potencia de capacidad de 20 litros al cual se le colocó dentro de este un equipo Clevenger modificado que consta de un balón de destilación acoplado a un condensador vertical, este último se dispone por fuera del equipo de microondas y se le conectó un sistema de refrigeración acondicionado con una mini bomba eléctrica para la recirculación de agua fría.
3	<b>Preparación del solvente.</b>
3.1	Se usó como solvente agua acidificada con HCl 0.001M, pH = 3, HCl comercial marca Merck con concentración 0.001M Datos: Ácido clorhídrico Comercial = 37 % con densidad de 1.14 g/ml. Peso molecular del HCl = H=1, Cl= 35.5, 1 +35.5= 36.5 g/mol.
3.2	Se realizó una sola preparación de solvente para todas las extracciones.
3.3	Cálculos del HCl. Como este ácido se disocia completamente en agua, la concentración de protones y de cloruro será igual a 0.001 M es decir 0.001 moles/litro

- 40 Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (Citrus sinensis) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.

	<p>Entonces <math>\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = -\log (0.001) = 3</math></p> <p>Aplicando la fórmula de molaridad</p> $\text{Molaridad (M)} \times \text{Volumen (V)} = \frac{\text{Gramos}}{\text{peso molecular}}$ $(0,001 \text{ M}) (3,9 \text{ L}) = \frac{?}{36.5 \text{ grs}}$ $3.9 \times 10^{-3} = \frac{?}{36.5 \text{ grs}}$ <p>? = cantidad requerida para solvente total del proyecto = 0.14235 ml de HCl 0.001 M.</p>
3.4	Se acidificó 9899.8576 ml de agua destilada con 0.14235 ml de HCl.
4.	<b>Proceso de Hidrólisis</b>
4.1	Se pesaron 50 g de muestra vegetal y se le agregaron 75 mililitros de agua acidulada con ácido clorhídrico (solvente) a un pH 3, se introdujo la mezcla en el balón de destilación de 500 mil.
4.2	Se colocó dentro del equipo microondas, el equipo Clevenger modificado, el cual consta de un balón de destilación y acoplado a un condensador vertical, este último se dispuso por fuera del equipo de microondas, tal como se muestra en la ilustración de montaje, al cual se le conectó el sistema de refrigeración acondicionado con una mini bomba para la recirculación de agua fría.
4.3	Para cada extracción se fijó el tiempo de extracción deseado (segundos) y la potencia de operación (%) deseado utilizando el panel de control del equipo y se inició el proceso de calentamiento hidrólisis de la extracción.
5	<b>Proceso de filtración</b>
5.1	Una vez terminado este proceso de calentamiento inmediatamente se retiró la muestra del microondas se filtró al vacío con la muestra aún caliente.
5.2	Independientemente se midió la materia vegetal (material sólido) y la solución acuosa (extracto pectínico), se conservaron estos datos para el posterior análisis caracterización.



---

6	<b>Proceso de precipitación</b>
6.1	Se adicionó alcohol etílico al 80% al extracto pectínico obtenido, en una proporción 2:1, se agitó de forma constante de 5 a 10 minutos y se dejó reposar por 15 minutos, luego se centrifugó a velocidad media (1500 rpm) por 5 minutos; se decantó el líquido sobrenadante y se dispuso en reposo el precipitado hasta observar un coagulo amarillento blanquecino, obteniéndose un precipitado voluminoso amarillento (gel pectínico) en la fase líquida.
7.	<b>Proceso de purificación de pectina</b> (separación de azúcares).
7.1	Se filtró el precipitado o gel obtenido anteriormente con un paño de filtración y se centrifugó a una velocidad media (1500 rpm) durante 10 minutos
7.2	Se lavó el precipitado ya filtrado dos veces con 25 mL de alcohol etílico al 95%.
8	<b>Proceso de pulverizado y tamizado y empacado de la pectina.</b>
8.1	Se colocó el coagulo o gel pectínico en una superficie resistente al calor (cajas de Petri) y se procedió a poner a secar en la estufa a 60° C hasta sequedad total y se redujo de tamaño el residuo sólido en un mortero y posteriormente se tamizo hasta el punto o malla deseado.

Fuente: Autor.

## 6. Diseño experimental

Se planteó un diseño experimental con arreglo factorial no balanceado, ya que los factores planteados no tienen la misma cantidad de niveles, debido a esto se manejaron 3 factores, a saber; Factor 1: estado fisiológico del material de trabajo con dos niveles (verde y amarillo); Factor 2: tiempo de extracción con 3 niveles (2,5 min, 5 min, y 7,5 min) y factor 3: potencia con dos niveles (potencia al 50 % y 100 %), aclarando que todas las extracciones se realizaron por triplicado, como se observa en la tabla 3.

**Tabla 3.** Diseño experimental propuesto para el proyecto.

Material Vegetal	Estado fisiológico	Tiempo de extracción (segundos)	Potencia (Watts) (%)	Variables determinantes para a análisis			
				Rendimiento	pH	% de Metoxilo	Grado Esterificación
Flavado y albedo de naranja común ( <i>Citrus sinensis</i> )	(p comercial)	NA	NA	3	3	3	3
	1. Estado de coloración # (2) verde 80%	150	50	3	3	3	3
			100	3	3	3	3
		300	50	3	3	3	3
			100	3	3	3	3
		450	50	3	3	3	3
			100	3	3	3	3
	2. Estado de coloración # (5)	150	50	3	3	3	3
			100	3	3	3	3

	Amarillo	300	50	3	3	3	3
			100	3	3	3	3
	450	50	3	3	3	3	
		100	3	3	3	3	

## 6.1 Caracterización de pectinas obtenidas

Se aplicaron las siguientes metodologías de caracterización a las muestras de pectina obtenidas evaluando los mejores resultados de rendimiento y propiedades fisicoquímicas con la finalidad de identificar la presencia de sus grupos funcionales característicos.

## 6.2 Identificación de las pectinas obtenidas

La identificación o reconocimiento de pectinas se realizó por Espectrometría de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FT-IR) a las muestras de pectina obtenida que presentaron los mejores resultados de rendimiento para comparar los espectros obtenidos con la muestra patrón para verificar dicha identificación y similitud entre las muestras; para realizar las lecturas infrarrojas se estableció el siguiente procedimiento: se mezcló la muestra de pectina obtenida pulverizada con KBr en un molde para formar pastillas translúcidas, que luego se colocaron en el espectrofotómetro (, donde se realizaron 14 barridos a cada una de la muestras con escaneos entre 4000 y 500  $\text{cm}^{-1}$  de longitud de onda y una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$ , con la finalidad de identificar la presencia de grupos funcionales que caracterizan a la pectina, estos resultados fueron analizados y comparados con las características de una pectina comercial y contrastándolas con los resultados de investigaciones de literatura consultada.

## 6.3 Presencia de azúcar en las pectinas obtenidas

Con el fin de determinar presencia de azúcares en la pectina obtenida se aplicó el protocolo de determinación con el licor de Fehling o reacción de Fehling; el cual sirve para demostrar la presencia de glucosa, así como para detectar derivados de ésta tales como la sacarosa o la fructosa. Esta reacción se produce en un medio alcalino fuerte, por lo que algunos compuestos no reductores como la fructosa que contiene un grupo cetona, puede enolizarse a formaldehído dando lugar a un falso positivo. Al reaccionar con monosacáridos se torna verdoso, y si lo hace con disacáridos toma el color del ladrillo, (Loren, 2015), el cual se debe a la formación del óxido de cobre; en nuestra investigación se realizó este procedimiento de acuerdo con se indica en la tabla 4.

**Tabla 4.** Determinación de presencia de azúcares en la pectina obtenida.

Paso	Actividad
	Procedimiento Reacción de Fehling
1.	<b>Preparación de las soluciones</b>
1.1	Se disolvió en un tubo de ensayo 50 mg de pectina seca en 5 ml de agua hasta su completa disolución.
1.2	Se mezcló en otro tubo de ensayo las soluciones de: 2 ml de Fehling A (CuSO <sub>4</sub> ) 2 ml de Fehling B (Tartrato/NaOH)
1.3	Se agitó y calentó a ebullición la mezcla de Fehling A y Fehling B, (aproximadamente 1 min), a 60°C en baño de agua.
2.	<b>Reacción</b>
2.1	Se añadieron 2 ml de la disolución de pectina a la mezcla de Fehling A y Fehling B anteriormente preparada y se somete a un calentamiento a 60°C durante un minuto, en baño de agua.
2.2	Este proceso se realizó a todas las muestras de pectinas obtenidas y la muestra comercial.
3	Se observaron y registraron los datos de la reacción. <i>Nota:</i> Si un azúcar reduce el licor de Fehling a óxido de cobre rojo, se dice que es un azúcar reductor. De este ensayo se espera que no se produzca cambio de coloración, para descartar la presencia de azúcares reductores.

Fuente: Loren, (2015).

## 6.4 Variables de ensayo

Para la determinación del rendimiento de pectina obtenida se utilizó la ecuación (1) de acuerdo con Li, Jia, Wei & Liu (2012). Donde se relaciona el peso de la pectina obtenida aun húmeda sobre el peso inicial de la muestra del material vegetal antes de la hidrólisis de la extracción por 100 para deducir el porcentaje de rendimiento de pectina de cada muestra extraída de acuerdo con la siguiente ecuación.

**Ecuación 1.** Cálculo del rendimiento de pectina obtenida, Li, Jia, Wei & Liu (2012).

$$\% \text{ Rendimiento} = \left\{ \frac{\text{Masa pectina en humedo (g)}}{\text{Masa de la muestra (g)}} 100 \right\}$$

Dónde:

Masa pectina en húmedo (g)= peso de la pectina obtenida aun húmeda.

Masa de la muestra (g)= peso de la muestra material pericarpio naranja común.

## 6.5 Determinación de pH:

Para la determinación del valor de pH de las pectinas obtenidas, se realizaron mediciones de pH con un potenciómetro marca TAC, al cual se le realizó un proceso de calibración con una solución buffer pH 7.0 y solución buffer pH 4.0, para todas las muestras de pectina que fueron medidas. La pectina obtenida se preparó con una solución de pectina seca de 200 mg hidratada con 200 ml de agua desionizada hasta su completa disolución mediante proceso de agitación magnética (Cáceres & Castellón, 2004).

## 6.6 Grado de esterificación.

Se determinó a partir de la titulación, con NaOH 0,1 N y fenolftaleína como indicador, donde se empleó una solución preparada con 200 mg pectina seca hidratada con 200 ml de agua des-ionizada hasta su completa disolución mediante proceso de agitación magnética para cada muestra de pectina obtenida y posteriormente con los resultados obtenidos se les aplicó la siguiente ecuación:

**Ecuación 2.** Cálculo de grado de esterificación de pectina obtenida según Zouambia & Ettoumi, (2014).

$$\% \text{ Grado de esterificación} = \left\{ \frac{FT}{IT+FT} * 100 \right\}$$

Dónde:

FT= Valoración de Titulación final.

IT= valoración de Titulación inicial.

## 6.7 Contenido de metoxilo.

El contenido de metoxilo se determinó de acuerdo con el procedimiento de Paredes, (2015), en base al porcentaje de ácido galacturónico y al grado de esterificación (GE), asumiendo que el 100% de GE corresponde a 16.32%, mediante la siguiente ecuación:

---

**Ecuación 3.** Cálculo del contenido de metoxilo en la pectina obtenida según metodología de Paredes, (2015).

$$\% \text{ de metoxilo} = \frac{16.32}{100} * GE$$

**GE:** grado de esterificación.

**16,32:** porcentaje de metoxilo en porcentaje de pectina esterificada.

## 6.8 Análisis estadístico

Para el análisis estadístico se empleó el software statgraphics, en el cual se realizó un análisis de varianza ANOVA, Adicionalmente se empleó el mismo software para realizar el proceso de optimización de las variables mediante la metodología de superficie de respuesta con el fin de determinar la mejor combinación respecto al tratamiento de control positivo determinado por la pectina comercial.

## 7. Resultados y discusión

### 7.1 Pruebas preliminares

En esta investigación fue importante realizar pruebas preliminares para visualizar la posible interacción entre los factores y sus respectivos niveles con el fin de definir los mejores parámetros para el desarrollo del proceso de extracción, estos resultados se pueden evidenciar en la tabla 5.

**Tabla 5.** Resultados de rendimiento pruebas preliminares HAM.

Material vegetal	Estado fisiológico	Tiempo de extracción (segundos)	Peso de la muestra vegetal	Potencia (Watts)	Rendimiento En (%)
Flavedo y albedo de naranja común ( <i>Citrus sinensis</i> )	1. Estado de coloración # (2) verde 80%	30	25 (gs)	50	0,25
				100	0,27
		50	25 (gs)	50	0,38
				100	0,37
	2 Estado de coloración # (5) Amarillo 80%	30	25 (gs)	50	0,24
				100	0,26
		50	25 (gs)	50	0,37
				100	0,35

Fuente, Autor.

Según la tabla 5, los resultados de rendimiento presentan un rendimiento inferior al reportado por la literatura consultada, según Fishman, (2000), quien afirma que un rendimiento significativo de pectina debe estar por encima de 0,99 % dependiendo la cantidad de material vegetal y el tiempo para hidrólisis a utilizar. Por tanto, se realizaron las siguientes modificaciones en el diseño experimental: la cantidad de material vegetal se aumentó a 50 gramos por cada muestra de extracción y por consiguiente la cantidad de



solvente, se aumentó el tiempo de extracción a 2,5 y 5 minutos y se adiciono un nivel más del tiempo de extracción a 7 minutos.

## 7.2 Rendimiento de extracción.

Los resultados para la variable rendimiento de extracción de pectina proveniente de naranja variedad común, que reporto un mayor porcentaje de rendimiento ( $2,2\pm 0,0\%$ ), se obtuvo mediante el tratamiento A450100 (coloración amarilla # 1; y 7,5 minutos de hidrólisis a potencia 100% de microondas equivalente a 700 watts), como se puede observar en la tabla 6.

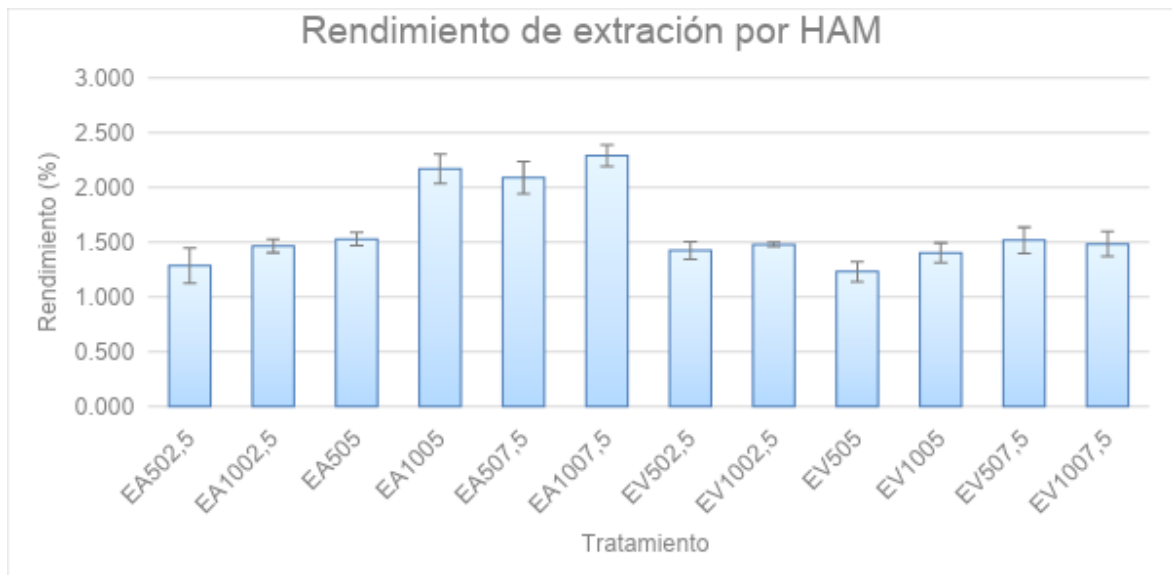
**Tabla 6.** Resultados de rendimiento obtenidos.

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	POTENCIA (%)	TIEMPO EXTRACCION (min)	% RENDIMIENTO
1	50	2,50	$1,2\pm 0,1$
1	100	2,50	$1,4\pm 0,0$
1	50	5,00	$1,5\pm 0,0$
1	100	5,00	$2,1\pm 0,1$
1	5	7,50	$1,9\pm 0,1$
1	10	7,50	$2,3\pm 0,0$
2	5	2,50	$1,4\pm 0,0$
2	10	2,50	$1,4\pm 0,0$
2	5	5,00	$1,2\pm 0,0$
2	10	5,00	$1,4\pm 0,0$
2	5	7,50	$1,5\pm 0,1$
2	10	7,50	$1,4\pm 0,1$

Fuente, Autor.

De acuerdo con los valores presentados en la tabla 6, es importante destacar el comportamiento de los tratamientos EA1005 (coloración amarillo, 5 minutos de hidrólisis a potencia 100 % del equipo microondas) que presentó un rendimiento de  $2,3 \pm 0,1$  %; y el tratamiento EA507, 5 (coloración amarillo, 7,5 minutos de hidrólisis a potencia 50% del equipo microondas) con un rendimiento del  $2,0 \pm 0,1$ %. Estos resultados se pueden visualizar en la Ilustración 5.

**Ilustración 5.** Resultados para rendimiento.



Fuente, Autor.

Según la tabla 6 y la gráfica 5 podemos observar que el mayor rendimiento de la extracción de pectina se evidencia en el tratamiento EA1005 con un rendimiento de 2,3 % en comparación con la literatura consultada según Fishman, (2000), quien obtuvo un rendimiento de 2,5 % siendo superior con una diferencia de 0,2 %, valor superior al resultado de la pectina obtenida en un 8 %. Sin embargo, los resultados de la pectina obtenida son superiores a los valores reportados por los estudios realizados por Ramírez & Acevedo (2011), quienes lograron un rendimiento de 0,98%, inferior con diferencia de

1,32 % respecto a los datos reportados en la pectina obtenida que logro un aumento de del 57,49 % en comparación a los resultados de Ramírez & Acevedo, (2011).

Los datos reportados en la gráfica 5 también son comparables con los reportados por Durán, (2014), quien logró un rendimiento de extracción cercano al 1,25 % valor inferior con diferencia de 0,95 % frente a nuestros resultados obtenidos lo que significa que en nuestra extracción logramos un incremento de rendimiento de 43.1 % comparado con el resultado de (Durán, 2014).

Según la gráfica anterior se observa que el factor que más influyente sobre el porcentaje de rendimiento es la potencia del microondas, a mayor potencia mayor es el porcentaje de rendimiento, este fenómeno podría explicarse en que a mayor potencia de radiación de microondas se aumenta la energía en el sistema de extracción, promoviendo la acumulación térmica de la solución del solvente de extracción conduciendo a la completa disolución de la estructura molecular y las células del material vegetal liberando de esta forma una mayor cantidad de pectina en la solución. Sin embargo, de acuerdo con (Xianzhe, Fangping, Chenghai, & Xiangwen, 2011), la excesiva exposición de tiempo en el campo de microondas puede causar la degradación de la pectina. También el factor de estado fenológico, (coloración amarillo), tiene influencia sobre el porcentaje de rendimiento, ya que presenta mayores resultados que el estado fenológico verde, esto es debido a que en este estado de maduración la degradación de azúcares y sustancias pépticas avanza rápidamente y acelera el estado de madurez haciendo que las protopectinas se rompan por hidrólisis o por la acción de enzimas pectinolíticas produciendo que las pectinas sean completamente solubles,(Mendoza, 2017).

### **7.3 PH de la pectina obtenida.**

Los resultados en la determinación de pH final de la pectina obtenida son importantes para confirmar que esta pectina se encuentra en el nivel adecuado de ácido (entre pH 3 y 3,5), siendo estos los límites permitidos de pH para pectinas comerciales, según las normas técnicas establecidas en el FOOD CHEMICAL CODEX 2a. Edición 1972, según la (FDA, 1977), Se garantiza que el pH no proviene del medio en que se llevó a cabo la hidrólisis, Independiente del secado así queden sales de la solución ácida, debido a que

los datos de los resultados son muy variantes y alejados al nivel de pH del solvente utilizado en la hidrolisis, los resultados de pH obtenidos se visualizan en la tabla 7.

**Tabla 7.** Resultados de la determinación de pH de pectina obtenida.

TRATAMIENTO	ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	POTENCIA (%)	TIEMPO EXTRACCION (min)	pH
EA502,5	1	5	2,5	3,8±0,0
EA1002,5	1	10	2,5	4,1±0,0
EA505	1	5	5	4,3±0,0
EA1005	1	10	5	4,3±0,0
EA507,5	1	5	7,5	3,7±0,0
EA1007,5	1	10	7,5	3,5±0,0
EV502,5	2	5	2,5	4,6±0,1
EV1002,5	2	10	2,5	3,6±0,0
EV505	2	5	5	3,9±0,0
EV1005	2	10	5	3,9±0,0
EV507,5	2	5	7,5	3,6±0,0
EV1007,5	2	10	7,5	3,5±0,0
COMERCIAL	0	0	0	3,5±0,0

Fuente, Autor.

Según los resultados de la tabla anterior los mejores resultados para la variable pH adecuado (3,5), se obtuvieron con los tratamientos: EV1007, 5 (coloración verde, 7,5 minutos de hidrolisis a potencia 100% del equipo microondas), con un valor de 3,5; y el tratamiento EA1007, 5 (coloración amarilla, 7,5 minutos de hidrolisis a potencia 100 del equipo microondas) con un valor de 3,5; siendo niveles similares con el pH reportado en la pectina comercial como se puede observar la Ilustración 6.

**Ilustración 6.** Resultados de la determinación de pH de pectina obtenida.



Fuente, Autor.

De acuerdo con la gráfica anterior y la literatura consultada se puede inferir que las pectinas obtenidas se encuentran dentro del nivel de pH adecuado industrialmente.

Los valores obtenidos son similares a los valores reportados por estudios según Krall, (1998) donde obtuvo valores de pH final de 3,6, quien afirma que en este rango de la pectina es estable y aumenta sus propiedades para gelificar lo cual hace que se pueda utilizar a nivel industrial, de acuerdo con Mohamed, (2016), quien obtuvo en su estudio un nivel de pH final de 3,5 en la pectina obtenida bajo similares condiciones, afirma que en este nivel de pH se evita el crecimiento de microorganismos en la pectina, por lo que le asigna mérito para ser utilizada a nivel industrial, el factor que más influye en el pH de las pectinas obtenidas, corresponde al tiempo de hidrólisis, que corresponde a la muestra extraída con el mayor tiempo de hidrólisis, de acuerdo con los datos obtenidos se identificó que los valores del pH adecuados se generan con las extracciones que presentan un mayor tiempo de hidrólisis; situación que puede estar asociada con la naturaleza del solvente de extracción, que al entrar en contacto directo con la pectina insoluble puede favorecer la hidrólisis de los componentes de pectina insolubles en pectina soluble como los grupos carboxilo esterificados con grupos etoxilos o amidas, los cuales disminuyen el valor del pH de acuerdo con lo reportado por Garza, (1999).

## 7.4 Grado de esterificación

Se define como el porcentaje de grupos carboxil urónicos que se esterifican con alcohol. La determinación de este porcentaje requiere la medida del contenido de metoxil éster y del ácido urónico, permite determinar la capacidad de gelificación de la pectina, (Lascola y otros, 2016), como se presentan en la tabla 8.

**Tabla 8.** Resultados grado de esterificación de pectina obtenida.

TRATAMIENTO	ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	ESTERIFICACION
EA502,5	1	5	2,5	60,6±0,6
EA1002,5	1	10	2,5	52,9±2,2
EA505	1	5	5	62,0±2,5
EA1005	1	10	5	72,0±1,6
EA507,5	1	5	7,5	69,7±1,5
EA1007,5	1	10	7,5	70,1±2,0
EV502,5	2	5	2,5	51,2±0,0
EV1002,5	2	10	2,5	60,3±0,2
EV505	2	5	5	71,8±1,6
EV1005	2	10	5	60,5±0,3
EV507,5	2	5	7,5	74,3±0,5
EV1007,5	2	10	7,5	76,1±0,7
COMERCIAL	0	0	0	62,1±3,0

Fuente, Autor.

Se puede apreciar que los mejores resultados, se obtuvieron mediante la aplicación del tratamiento EV1007,5 (coloración verde, 7,30 minutos de hidrólisis a potencia 100% del equipo microondas), reportando un valor de GE 76,19 %, seguido del tratamiento EV507,5 (coloración, amarillo, 7,5 minutos de hidrolisis a potencia 100 de microondas) con un GE

de 74,39 % y el tratamiento EA1005 (coloración verde, 2,5 minutos de hidrolisis a potencia 100 de microondas) que presento un valor de GE de 72,01 %. De acuerdo con Rinaldo (1996) el grado de esterificación adecuado para las pectinas comerciales es de 76%, y se clasifican según su nivel, alto grado de esterificación ( $GE > 50$  %) y bajo grado de esterificación ( $GE < 50$  %).

**Ilustración 7.** Resultados de la determinación de grado de esterificación.



Fuente, Autor.

Es importante destacar de la Ilustración anterior el tratamiento EV1007,5 (coloración verde, 7,30 minutos de hidrolisis a potencia 100 del equipo microondas), en el cual produjo un valor de GE de 76,19 %, este valor al ser comparado con estudios realizados con similares condiciones de extracción, según Morris, (2000) quien logro un 75 % GE, y Benyahia, (2017), quien alcanzó un GE de 75% y Fidalgo (2017) donde obtuvo un valor de GE de 74 %; se identifica que los resultados obtenidos son mayores a los reportes consultados.

Se determinó que los resultados para la variable de grado de esterificación obtenidos en el presente estudio son superiores a los valores reportados para las pectinas comerciales y también fue superior al grado de esterificación de la pectina patrón, situación que permite clasificar la pectina extraída como una pectina de alto grado de esterificación.

Esta situación se puede explicar debido a que en el estado fenológico verde en los frutos cítricos, predomina la presencia de protopectina con alto grado de esterificación, aunque esta se convierte en pectina soluble por acción del proceso metabólico del fruto y de segregación de pectinasas en su periodo de maduración, ocasionando una desesterificación progresiva a medida que el material vegetal madura, razón por la cual la muestra de coloración amarillo (madura) no alcanza un grado de esterificación adecuado (Prakash, Sivakumara & Thirugnanasambandham, 2013).

En cuanto a la relación del grado de esterificación con el pH final de la pectina obtenida podemos decir que a pesar de que las comparaciones que se realizaron son evidentes que las pectinas obtenidas muestran un comportamiento alternante a cada valor de pH obtenido, esto puede ser debido a que el desarrollo de la extracción bajo estas condiciones de pH inferiores favoreció la hidrólisis de los compuestos de pectina con aumento de los grupos carboxilos, como también pudo deberse a la fragmentación que sufren las cadenas de ácido poli galacturónico con el uso de soluciones acidas; reduciendo su pH y aumentando el grado de esterificación.

## 7.5 Grado metoxilo.

En la determinación del contenido de metoxilo para pectinas comerciales se deben presentar valores que oscilen de 8 a 12%, e acuerdo con Silva, (2008), para pectinas comerciales, los resultados obtenidos para la variable grado de metoxilo se reportan en la tabla 9.

**Tabla 9.** Resultados de metoxilo de pectina obtenida.

TRATAMIENTO	ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	METOXILO
EA502,5	1	5	2,5	9,5±0,5
EA1002,5	1	10	2,5	8,6±0,3
EA505	1	5	5	10,0±0,4
EA1005	1	10	5	11,4±0,0

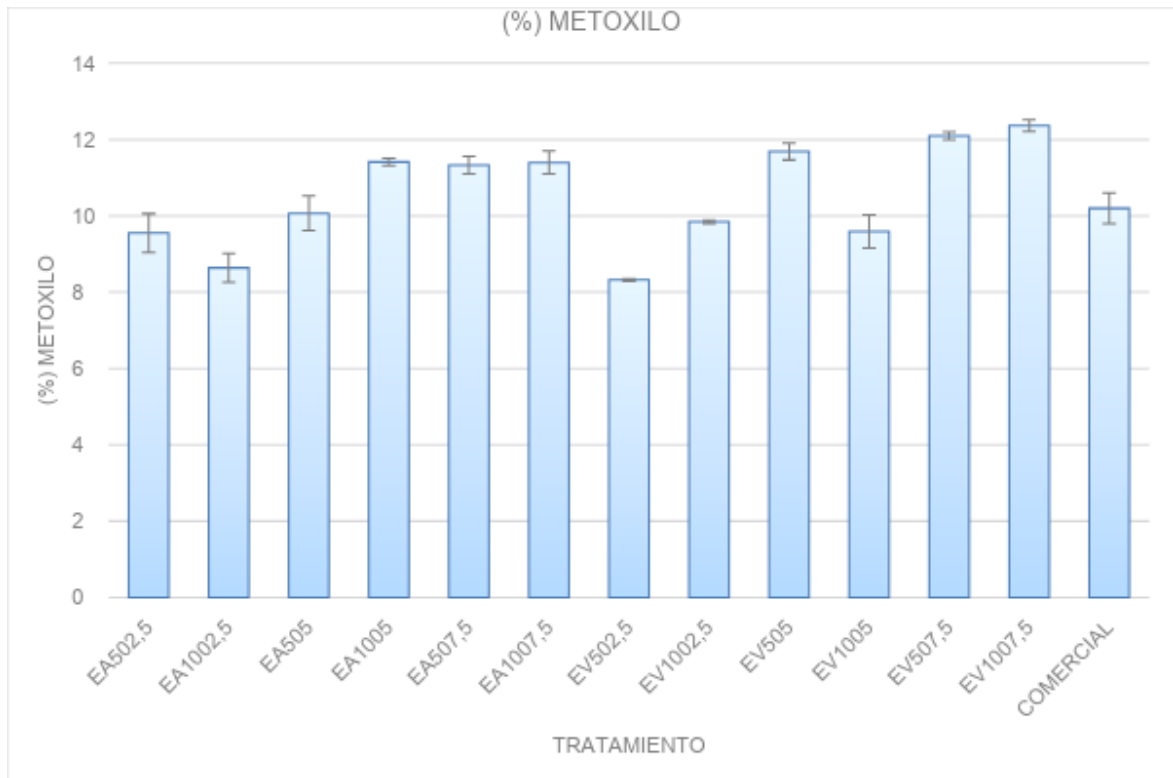


EA507,5	1	5	7,5	11,3±0,2
EA1007,5	1	10	7,5	11,3±0,3
EV502,5	2	5	2,5	8,3±0,0
EV1002,5	2	10	2,5	9,8±0,04
EV505	2	5	5	11,6±0,2
EV1005	2	10	5	9,5±0,4
EV507,5	2	5	7,5	12,0±0,0
EV1007,5	2	10	7,5	12,3±0,1
COMERCIAL	0	0	0	10,1±0,4

Fuente, Autor.

de acuerdo con la tabla anterior los mejores resultados se obtuvieron mediante los tratamientos: EV1007,5 (coloración verde, 7,30 minutos de hidrolisis a potencia 100% de microondas) con un valor de 12,3±0,1 %, seguido del tratamiento EV507,5 (coloración amarillo, 7,5 minutos de hidrolisis a potencia 50 % del equipo microondas) con un valor de 12,0±0,0; también en el tratamiento EV1005 (coloración verde, 2,5 minutos de hidrolisis a potencia 100 de microondas) con un valor de 11,6±0,2 % apreciando que todos los resultados obtenidos son superiores a los valores identificados para la pectina comercial. El comportamiento de la variable GM se pueden visualizar en la Ilustración 8.

**Ilustración 8.** Resultados determinación de metoxilo de pectina obtenida.



Fuente, Autor.

De la gráfica anterior se puede identificar que el porcentaje de metoxilo alcanzado es similar al grado de metoxilo de las pectinas comerciales y superior al porcentaje de metoxilo de la pectina utilizada como patrón. Los valores obtenidos en el presente estudio son comparables con los reportados por Zegada, (2015), quien obtuvo valores de 7,1% grado metoxilo, y Soler, (2016), quien obtuvo valores de 8,2 %, todas las muestras de pectinas obtenidas se encuentran en el rango de pectinas de alto metoxilo, por lo que podemos clasificar a la pectina extraída como una pectina de alto metoxilo.

De acuerdo con el análisis estadístico se identificó que los factores de potencia y tiempo de extracción no presentan efecto significativo sobre el porcentaje de metoxilo. Sin embargo, el factor de estado fenológico influyó significativamente debido al bajo contenido de pectinesterasas naturales en los frutos con estado fenológico asociados a coloración amarilla, y a la abundante presencia del radical metoxilo de la cadena de ácido

galacturónico, responsable del nivel de metoxilación de la pectina, el nivel de pH se relaciona con el grado de metoxilo en la calificación de metoxilacion cuando su pH es bajo la pectina se califica como pectina de alto metoxilo y viceversa, (Wei , Zhongdong, & Kennedy, 2006).

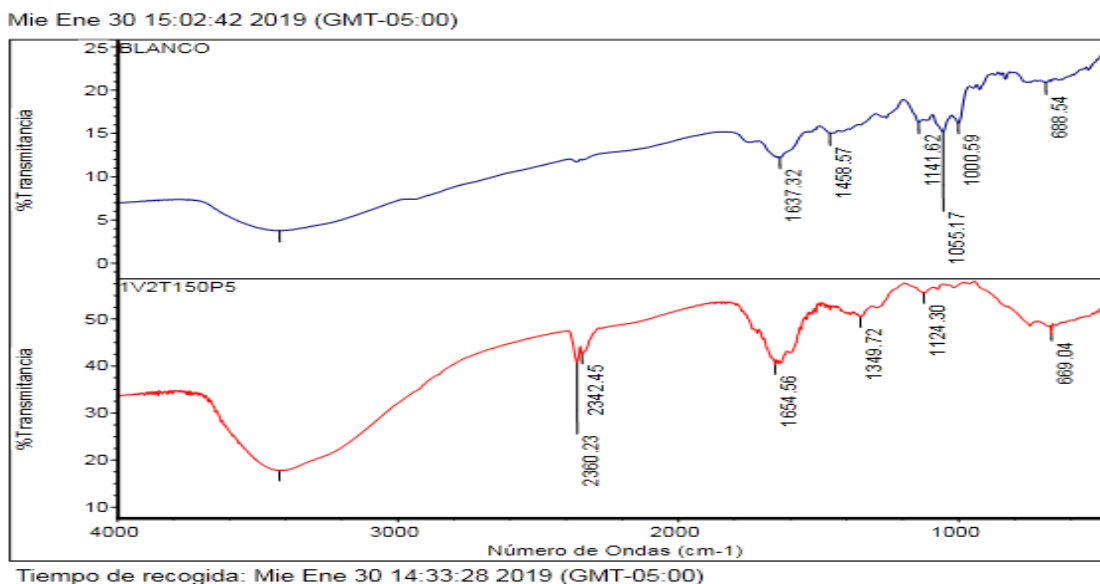
En cuanto a la relación del porcentaje de metoxilo con el pH final de la pectina obtenida podemos decir que la tendencia de esta variable fue directamente proporcional al valor del pH de extracción, ya que los resultados del ge de la pectina obtenida aumentan a medida que los resultados de pH disminuyen ya que según la gráfica se identificó un incremento del contenido de metoxilo conforme el pH de extracción descendió, lo cual pudo deberse a que en un medio de extracción acidificado se favorece este tipo comportamiento debido al aumento de la hidrólisis de los ésteres en los grupos carboxilos metoxilados. y la metoxilación de algunos grupos de la cadena de ácido galacturónico.

## 7.6 Análisis de espectro infrarrojo (FT-IR)

Se realizó análisis de espectroscopia de infrarrojo a las muestras de pectina obtenida con la finalidad de confirmar la presencia de grupos funcionales característicos de la pectina, los cuales fueron analizados y comparados con las características de una pectina comercial, y la información brindada por la literatura consultada.

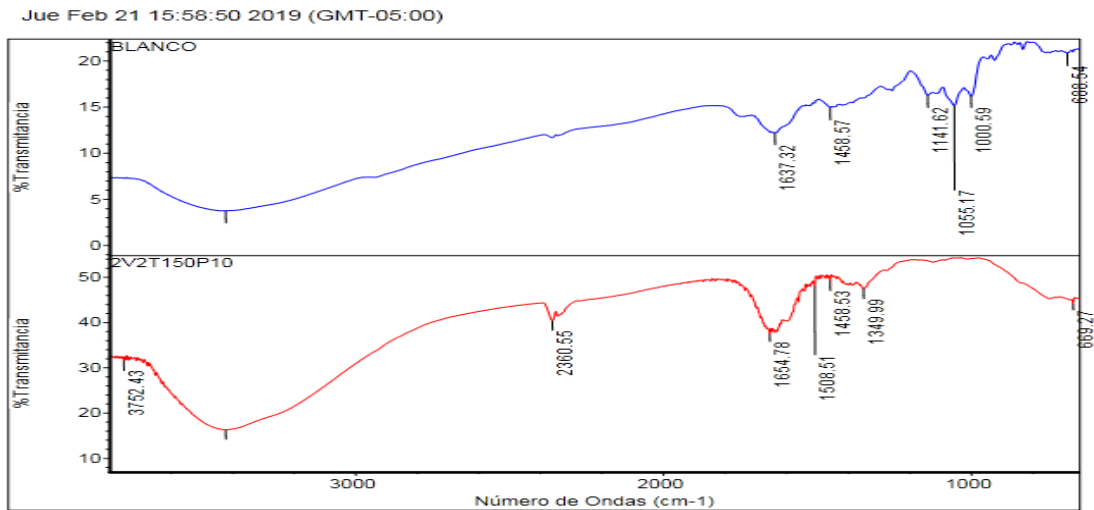
Los resultados de los espectros obtenidos a partir del flavedo y albedo de naranja variedad común (*citrus sinensis*), obtenidas mediante extracción asistida por microondas demuestran presencia de pectina, siendo similares a los picos reportados en el espectro de la pectina comercial, Los resultados obtenidos en el análisis de IR de coloración azul pertenecen a la muestra patrón o pectina comercial, y el espectro de coloración rojo pertenece a la muestra de pectina obtenida como se presentan a continuación:

**Ilustración 9.** Espectro infrarrojo tratamiento EV150P5, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 2,5 minuto, potencia del 50 %)



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

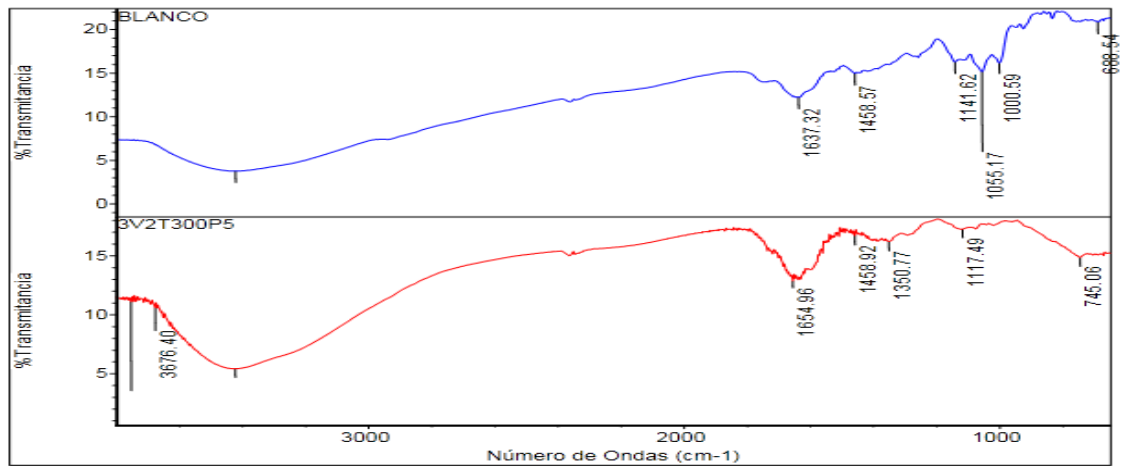
**Ilustración 10** Espectro infrarrojo tratamiento EV150P10, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 2,5 minuto, potencia 100 %).



Tiempo de recogida: Mie Ene 30 15:49:02 2019 (GMT-05:00)

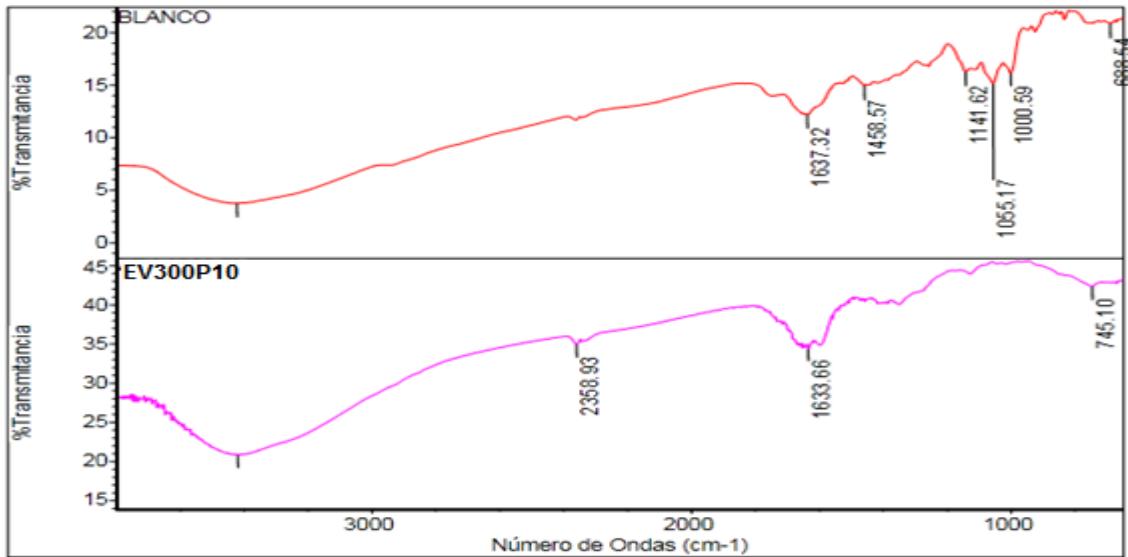
Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

**Ilustración 11** Espectro infrarrojo tratamiento EV300P5, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 5 minuto, potencia 50 %).



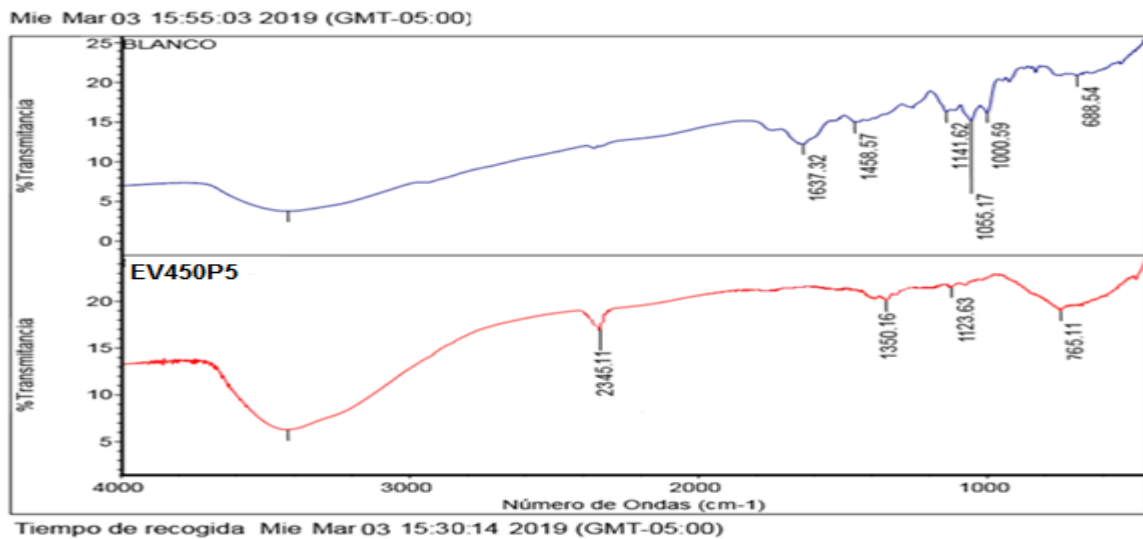
Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

**Ilustración 12.** Espectro infrarrojo tratamiento EV300P10, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 5 minuto, potencia 100 %).



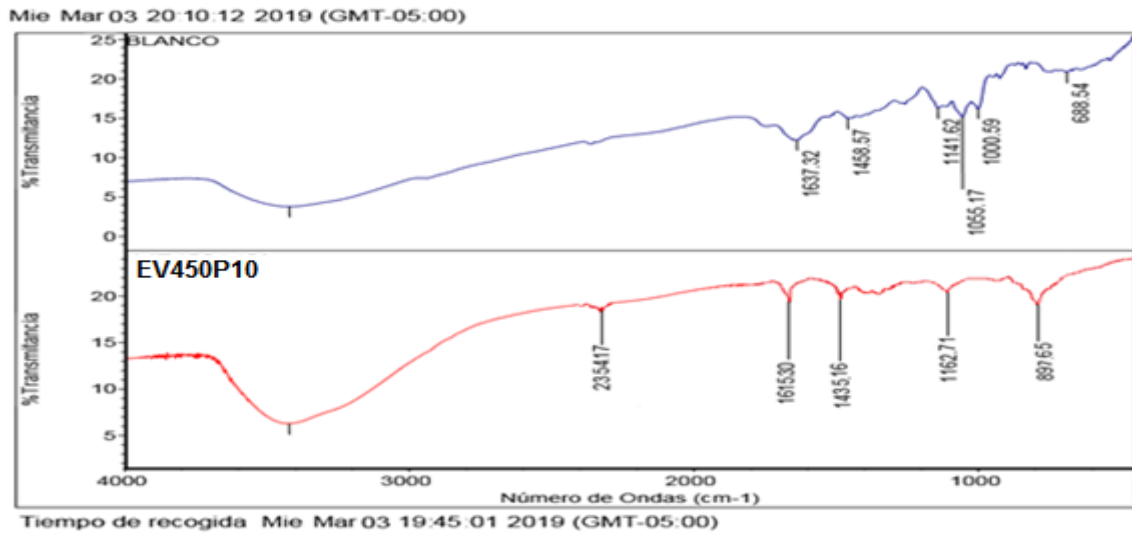
Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

**Ilustración 13.** Espectro infrarrojo tratamiento EV450P5, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 50 %).



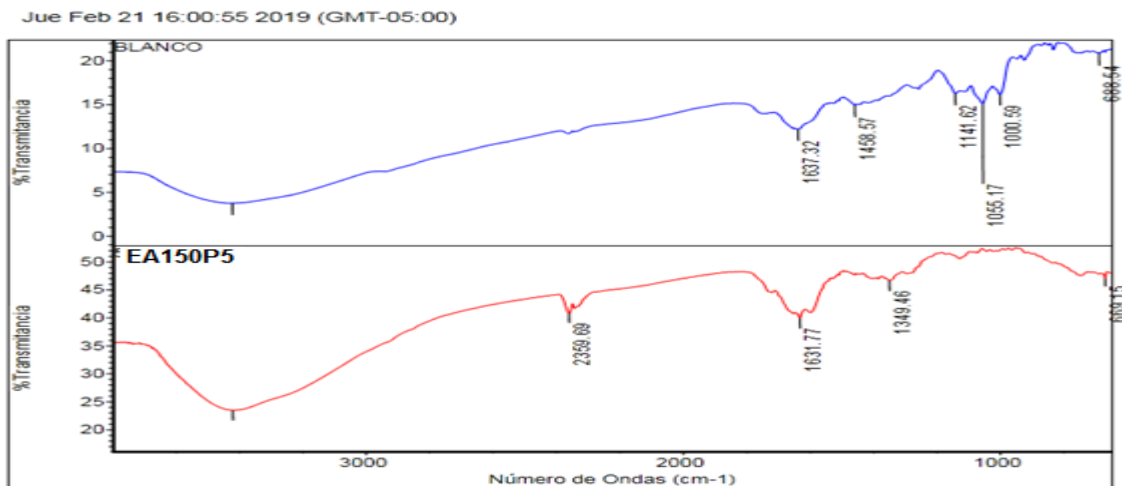
Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

**Ilustración 14 .**Espectro infrarrojo tratamiento EV7, 5P10, (estado fenológico 2, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 100 %).



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

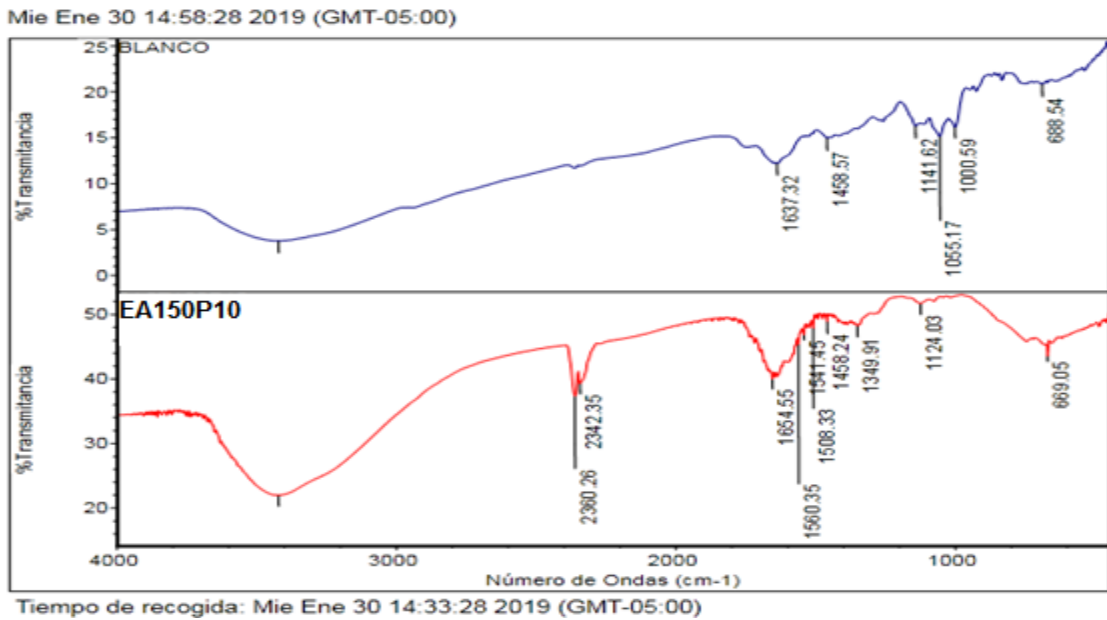
**Ilustración 15** Espectro infrarrojo tratamiento EA150P5, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 2,5 minutos, potencia 50 %).



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

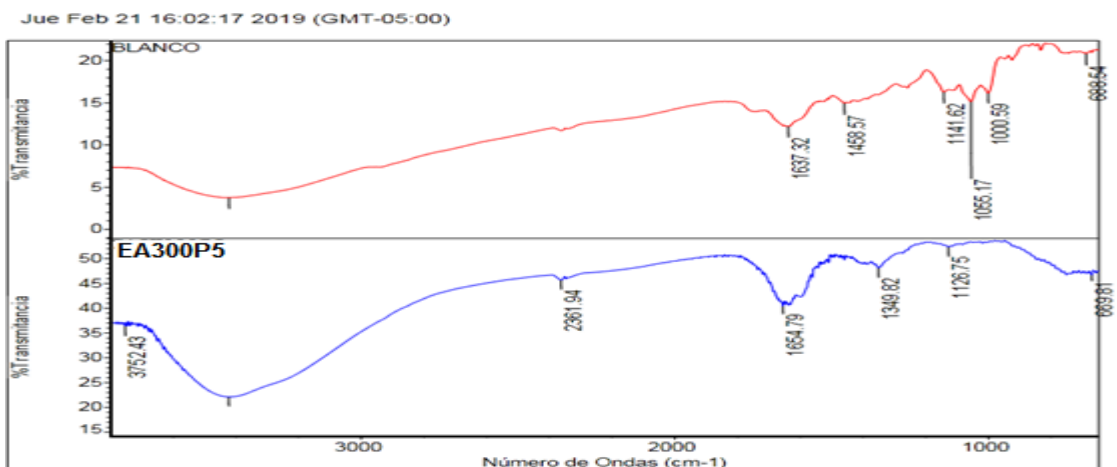
**Ilustración 16.** Espectro infrarrojo tratamiento EA150P10, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 2,5 minutos, potencia 100 %).

64 Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

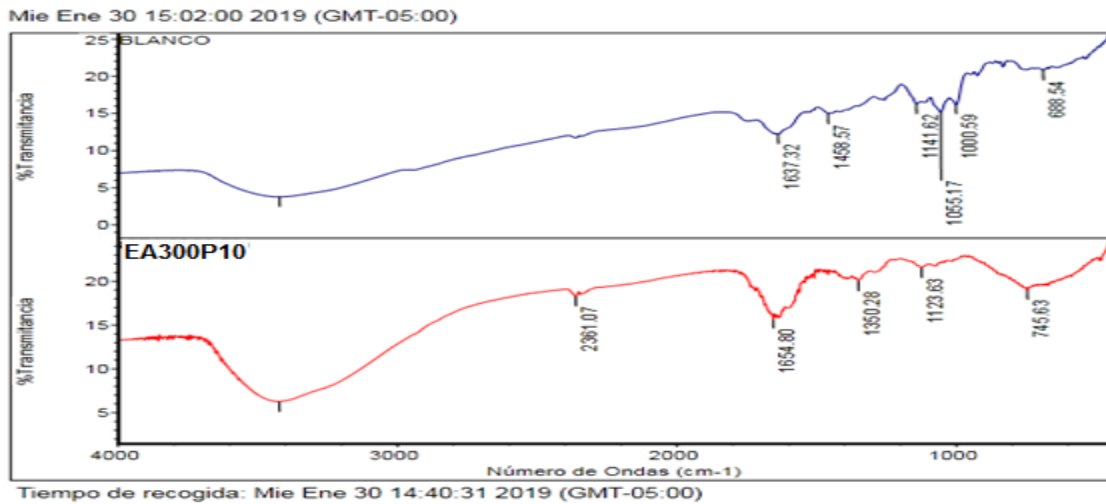
**Ilustración 17** Espectro infrarrojo tratamiento EA300P5, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 5 minutos, potencia 50 %).



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

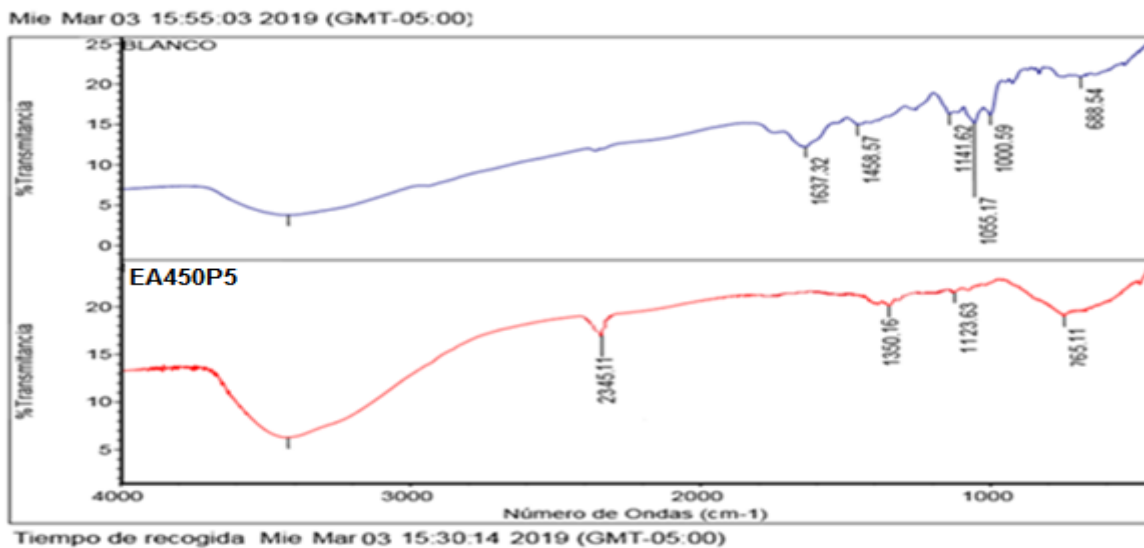


**Ilustración 18** Espectro infrarrojo tratamiento EA300P10, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 5 minutos, potencia 100 %).



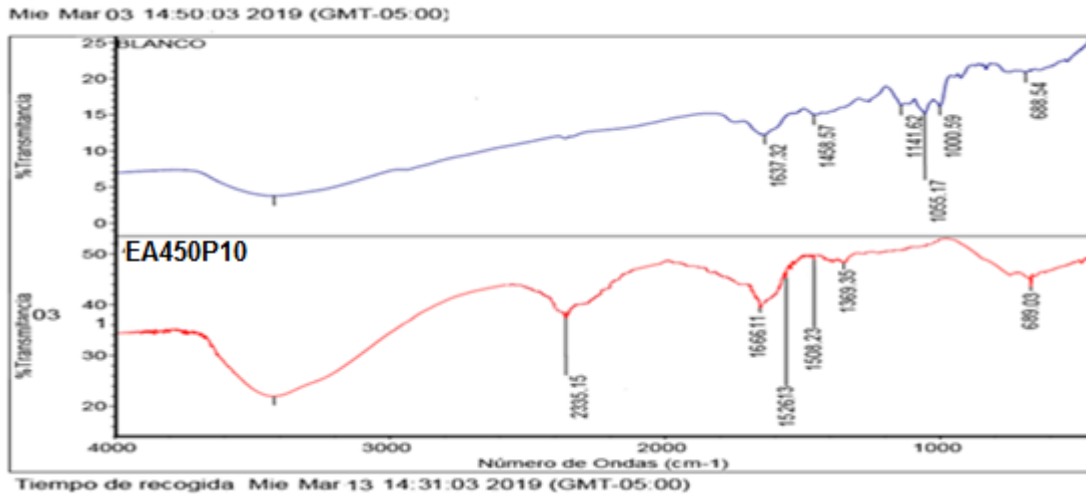
Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A

**Ilustración 19** Espectro infrarrojo tratamiento EA450 P5, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 50 %).



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A

**Ilustración 20** Espectro infrarrojo tratamiento EA7, 5 P10, (estado fenológico 1, tiempo de extracción 7,5 minutos, potencia 100 %).



Fuente, Higuera, L. (2019). Lecturas de espectroscopia de infrarrojo. Bogotá, Laboratorios Bussie S.A.

De acuerdo con las ilustraciones anteriores en todas las muestras de pectina obtenida aparecen señales en la bandas  $1637.32\text{ cm}^{-1}$ ,  $1633.66\text{ cm}^{-1}$ ,  $1654.79\text{ cm}^{-1}$ ,  $1508,23\text{ cm}^{-1}$ ,  $1654.55\text{ cm}^{-1}$ ,  $1526,13\text{ cm}^{-1}$ ,  $1615,3\text{ cm}^{-1}$ ,  $1666,1\text{ cm}^{-1}$ ,  $11654.56\text{ cm}^{-1}$ ,  $1631.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1654.78\text{ cm}^{-1}$ ,  $1508.35\text{ cm}^{-1}$ ,  $1654.96\text{ cm}^{-1}$ ,  $1654.56\text{ cm}^{-1}$ , que al comparar estas señales con el espectro de la pectina comercial que presenta señales en los picos  $1637.32\text{ cm}^{-1}$ , y  $1654.55\text{ cm}^{-1}$ , son bandas muy cercanas y características de las pectinas, que según estudios realizados por García & Guzmán, (2013), quien realizó trabajos de extracción de pectinas con albedos de naranjas variedad tangelo, reportando la presencia de grupos funcionales en la banda perteneciente al grupo C=O de-COOH grupos carboxilos libres esterificados en el pico  $1637.52\text{ cm}^{-1}$ , En estudios realizados por Iqbal, (2010), donde se realizaron trabajos de identificación de pectina mediante espectrofotometría infrarrojo, se reporta la presencia de grupos funcionales en la banda  $1637\text{ cm}^{-1}$  Banda perteneciente a C=O de-COOH grupos carboxilos libres y esterificados, También en los resultados de los estudios realizados por Torre, (2005), se reporta la presencia de grupos funcionales en la banda  $1626\text{ cm}^{-1}$  que se debe a la banda de vibración C=O del ester, todas estas

señales son similares y cercanas a la pectina obtenida lo que nos hace concluir que la pectina obtenida es de alto porcentaje de metoxilo.

En todas las muestras de pectina obtenida analizadas aparece la señal en el pico  $1700.0\text{ cm}^{-1}$ , siendo una señal similar con la señal reportada en la pectina comercial en la banda  $1700.0\text{ cm}^{-1}$ , señales similares y características de las pectinas comerciales, según estudio de Kazemi, & Saeid, (2019), quien afirma que la banda  $1700\text{ cm}^{-1}$  es perteneciente al grupo carbonilo de éster, También en estudios realizados por Betancourt & Moreno, (2009), reporta la presencia de señales en la banda  $1700.0\text{ cm}^{-1}$  haciendo referencia al carbonilo de éster  $\text{C}=\text{O}$ , también en estudios realizados por Lin Su et al., (2019) donde se presenta la señal en la banda  $1700\text{ cm}^{-1}$  que se atribuye al estiramiento del al carbonilo de éster  $\text{C}=\text{O}$ , datos muy cercanos y característicos de la pectinas, presentando características similares los cuales hacen referencia a los principales grupos químicos en los polisacáridos pertenecientes a la pectina, confirmando que el extracto obtenido es una auténtica pectina de alto grado de esterificación

En las muestras pectina obtenida aparecen señales en las bandas  $1000.59\text{ cm}^{-1}$ ,  $1055.17\text{ cm}^{-1}$ ,  $1141.62\text{ cm}^{-1}$ ,  $1124.30\text{ cm}^{-1}$ ,  $1117.49\text{ cm}^{-1}$ ,  $1123,63\text{ cm}^{-1}$ ,  $1162,71\text{ cm}^{-1}$ ,  $1124.03\text{ cm}^{-1}$ ,  $1126.75\text{ cm}^{-1}$ ,  $1123.63\text{ cm}^{-1}$ ,  $1023,63\text{ cm}^{-1}$ ,  $1123.63\text{ cm}^{-1}$  y en la pectina comercial aparecen señales cercanas en las bandas  $1000.59\text{ cm}^{-1}$ ,  $1055.17\text{ cm}^{-1}$  y  $1141.62\text{ cm}^{-1}$  bandas pertenecientes al grupo  $\text{C}-\text{O}$ , siendo bandas similares a las reportadas en la investigación realizada por Tamaki, Konishi, Fukuta & Tak, (2008), quienes realizaron trabajos de extracción e identificación de pectina mediante espectrofotometría infrarrojo, reportando la presencia de grupos funcionales en la banda  $1123,63\text{ cm}^{-1}$ , siendo vibraciones de tracción simétricas del enlace  $\text{C}-\text{O}$ , También en estudios realizados por Zouambia & Ettoumi, (2014), reporta la presencia de la banda en el pico  $1141.62\text{ cm}^{-1}$  señal muy cercana con la señal reportada en la pectina obtenida y expone que esta señal pertenece al grupo  $\text{C}-\text{O}$ , confirmando características pectínicas de la pectina obtenida, de acuerdo con Pasandide et al, (2017), quien realizó estudios de extracción y caracterización de pectinas cítricas expone que bandas entre  $1000\text{ a }1200\text{ cm}^{-1}$  se atribuyen al grupo carbonilo  $\text{C}-\text{O}$ , igualmente señal muy cercana con la señal reportada en la pectina obtenida.

También en todas las muestras de la pectina obtenida aparecen señales en los picos  $1349.72\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.57\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.53\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.80\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350,16\text{ cm}^{-1}$ ,  $1349.99\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350,16\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1350.77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.24\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.24\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1458.92\text{ cm}^{-1}$ ,  $1349.72\text{ cm}^{-1}$ , al comparar estas señales con el espectro de la pectina comercial la cual presenta señal en el pico  $1458.57\text{ cm}^{-1}$ , son señales similares con estudios realizados por Shekhar, (2015) Donde se realizaron trabajos de identificación de pectina mediante espectrofotometría infrarrojo, reportando la presencia de este grupo funcional en la banda  $1444\text{ cm}^{-1}$ . quien las califica como bandas pertenecientes a la vibración de flexión O-H, característico de compuestos pectínicos, También en estudios realizados por Lajolo, (2002), quien realizo trabajos de extracción de pectinas e identificación de la misma mediante espectrofotometría infrarrojo reporta señales en las bandas  $1340$  y  $1360\text{ cm}^{-1}$ , atribuyéndolas a la vibración de flexión O-H, señal muy cercana con la señal reportada en la pectina obtenida, en trabajos realizados por Xian, (2013) se realizaron trabajos de extracción de pectinas con análisis característicos de pectina mediante espectrofotometría infrarrojo en donde reporta señales en las bandas  $1340$  y  $1360\text{ cm}^{-1}$  atribuyéndolas a la vibración de flexión O-H igualmente señales muy cercanas con la señal reportada en la pectina obtenida.

los espectros mostrados por la pectina obtenida en las señales de los picos  $688.54\text{ cm}^{-1}$ ,  $669.04\text{ cm}^{-1}$ ,  $669.27\text{ cm}^{-1}$ ,  $745.06\text{ cm}^{-1}$ ,  $745.10\text{ cm}^{-1}$ ,  $765,11\text{ cm}^{-1}$ ,  $897,65\text{ cm}^{-1}$ ,  $669.15\text{ cm}^{-1}$ ,  $679.05\text{ cm}^{-1}$ ,  $669.81\text{ cm}^{-1}$ ,  $745.63\text{ cm}^{-1}$ ,  $765.11\text{ cm}^{-1}$ ,  $689,03\text{ cm}^{-1}$ ,  $669.04\text{ cm}^{-1}$  y  $688.54\text{ cm}^{-1}$ , son señales similares cercanas a los espectros mostrados por la pectina comercial en la señal en el pico  $688.54\text{ cm}^{-1}$ , y similares a las presentadas en estudios realizados por Chasquibol, (2010), y Púa (2015), donde exponen que las señales entre los picos  $600$  y  $900\text{ cm}^{-1}$ , son señales correspondientes a los anillos benzoicos, y los denominan colectivamente como la región de "huella digital" que es exclusiva de un compuesto pectínico, por lo tanto su interpretación puede ser una cuestión difícil, también en estudios realizados por Chen et al, (2014) realizo trabajos de extracción de pectinas en residuos de naranja e identificación de pectina mediante

espectrofotometría infrarrojo, en su estudio expone la misma versión anterior para esta señal.

En la pectina obtenida también aparecen señales en los picos  $2360.23\text{ cm}^{-1}$  y  $2342.45\text{ cm}^{-1}$  los cuales no son picos característicos de grupos funcionales de la pectinas, lo que indica que la pectina obtenida contiene algún tipo de impureza o presencia de azúcares debido a que se presentan en el estado fenológico 1 (amarillo), y suele deberse al avanzado estado de maduración del material vegetal.

De acuerdo con los anteriores resultados y la información suministrada por la literatura consultada se puede concluir que todas las muestras presentan pectina y se puede calificar como pectina de alto porcentaje de metoxilo y alto grado de esterificación indicando que el flavedo y albedo de naranja variedad común (*Citrus sinensis*), es fuente promisorio de materia prima para la producción de pectina apta para la industria alimenticia.

## 8. Optimización del proceso de extracción

Para optimizar los efectos de los parámetros de procesamiento de la extracción sobre el rendimiento de pectina, se utilizó la metodología de superficie de respuesta (MSR) según, Muñoz, (2011), ya que su principal ventaja es el número reducido de ensayos experimentales necesarios para evaluar múltiples parámetros y sus interacciones. Por lo tanto, es un procedimiento práctico que requiere menor tiempo que otros enfoques necesarios para optimizar un proceso (Bogdanoff, 2015).

Para el análisis estadístico se empleó el software statgraphics mediante análisis de varianza ANOVA, debido a que en este análisis todas las variables sus datos experimentales en los valores p son superiores a 0,05, en todas sus interacciones no tuvieron efecto estadísticamente significativo, a pesar de que no se identificaron diferencias significativas con el conjunto de tratamientos empleados los resultados obtenidos son superiores a los reportados por la literatura, no fue necesario realizar la prueba de comparación LSD de Fisher, a cambio se aplicó la metodología de superficie de respuesta para la optimización de los parámetros establecidos en el diseño experimental, identificando la mejor combinación de variables respecto al tratamiento control determinado por la pectina obtenida

### 8.1 Optimización variable rendimiento

Para realizar el proceso de optimización de nuestra investigación se aplicó un análisis estadístico mediante el software statgraphics en el cual se desarrolló un análisis de varianza ANOVA con el fin de determinar la mejor combinación respecto al tratamiento de control positivo determinado por la pectina comercial para los datos experimentales de rendimiento de pectina obtenida del albedo y flavedo de la cáscara naranja (*Citrus sinensis*) variedad común, como podemos visualizar en la tabla 10.

**Tabla 10** Resultados análisis ANOVA de rendimiento.

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
--	----	----------------	-------------	---------	---------

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	-1,42109E-13	-7,10543E-14	0	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	2	-1,42109E-13	-7,10543E-14	0	1
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	-1,7053E-13	-5,68434E-14	0	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	4	-9,9476E-14	-2,4869E-14	0	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION ENMINUTOS	6	-8,52651E-14	-1,42109E-14	0	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	-8,52651E-14	-1,42109E-14	0	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * Potencia (5: 50%; 10:100%) * Tiempo extracción en Minutos	12	0,04784	0,00399	0	1
Model	35	4,20476	0,12014	0	1
Error	0	0,2666	--	0	0
Corrected Total	35	4,47136	0	0	0

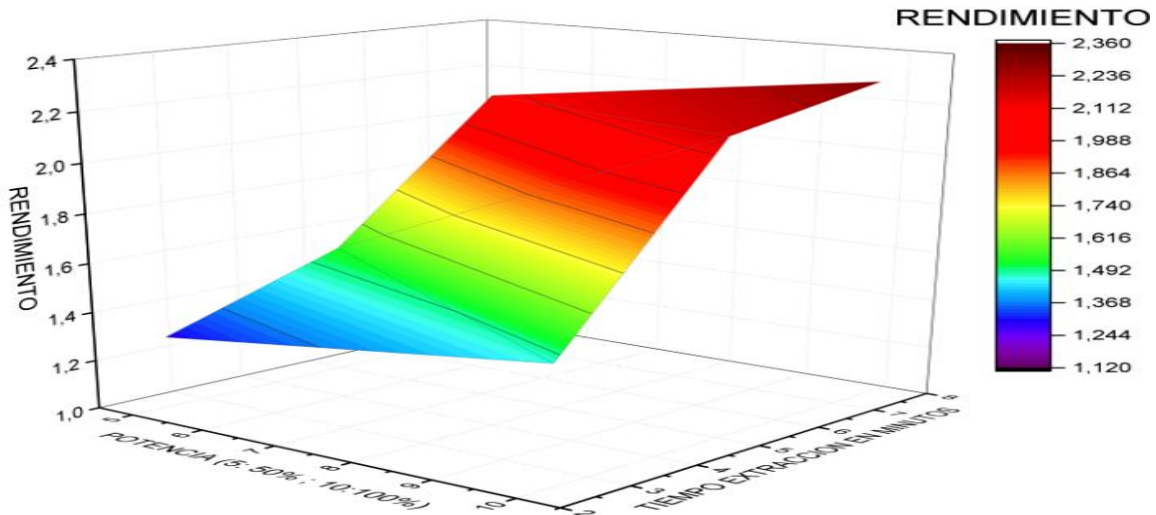
Fuente: Software Statgraphics.

Según los resultados del anterior análisis de varianza (ANOVA) que se presenta en la tabla anterior, para los datos experimentales de rendimiento de pectina obtenida del albedo y flavedo de la cáscara naranja (*citrus sinensis*) variedad común, todos los valores de p son superiores a 0,05, tanto para la variable rendimiento frente a potencia, tiempo de extracción y estado fenológico, en todas sus interacciones, no presentaron diferencias estadísticamente significativas.

Para realizar el proceso de optimización de la variable de rendimiento en estado fenológico 1 (amarillo) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 21.

**Ilustración 21** Diagrama de superficie: Rendimiento coloración amarillo.

**Ecuación 4:** Rendimiento = 3,59595 - 0,29803\*Potencia - 0,334304\*Tempo de extracción + 0,01192\*Potencia^2 +0,0285359\*Potencia\*Tempo de extracción + 0,00641247\*Tempo de extraccion^2



**Tabla 11** Optimización variable Rendimiento coloración (amarillo)

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
POTENCIA	5,0	10,0	10,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	7,5

Fuente: Software Statgraphics.

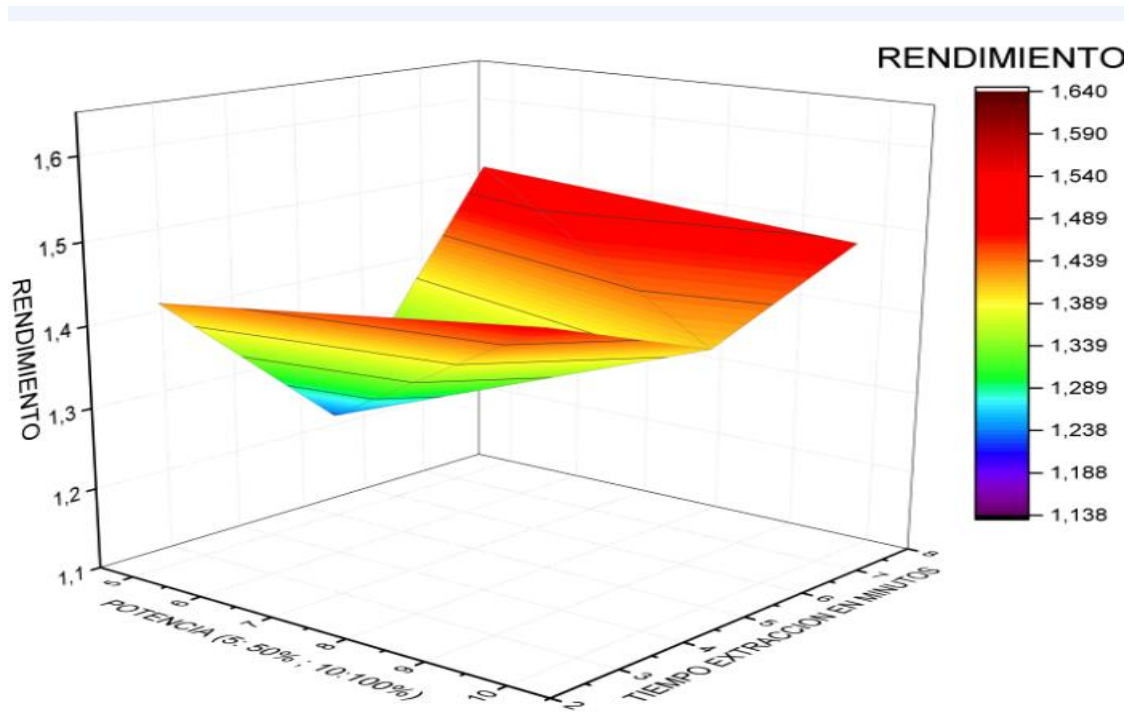
En la Ilustración 21, se puede identificar el mayor valor de rendimiento obtenido en el tratamiento correspondiente al estado fenológico 1 (coloración amarillo), se presenta en la región de color rojo la cual pertenece a la condición de potencia 100 % con tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos, con un rendimiento de 2.3 %, resultados similares con los resultados obtenidos en la parte experimental, donde se observa que los factores que influyen sobre el porcentaje de rendimiento son la temperatura (potencia del microondas), concluyendo que a más alta temperatura de hidrolisis se logró obtener mayor rendimiento.



Respecto al proceso de optimización de la variable de rendimiento en estado fenológico 2 (verde) se realizó la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 22.

**Ilustración 22** Diagrama de superficie: Rendimiento coloración verde.

**Ecuación 5:** Rendimiento = 3,79993 - 0,0566667\*Potencia - 0,110667\*Tempo de extracción + 0,09000793\*Potencia^2 +0,0114667\*Potencia\*Tempo de extracción + 0,0165333\*Tempo de extraccion^2



**Tabla 12** Optimización variable Rendimiento coloración (verde)

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
POTENCIA	5,0	10,0	50,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	7,5

Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 22, se puede identificar que el mayor rendimiento en la variable de estado fenológico 2 (coloración verde), se presenta en la región de color rojo, la cual pertenece a la condición de potencia 50 % y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos con un rendimiento de 1.6 %, valor similar al obtenido experimentalmente.

El rendimiento de la extracción de pectina proveniente de residuos orgánicos de naranja (*Citrus sinensis*), variedad común en comparación con los dos estados fenológicos fue superior en estado fenológico 1 (coloración amarilla) presentando mayor valor de 2.3% con extracción a potencia 100 % y tiempo de hidrólisis en 7,5 minutos, los demás datos, aunque muy cercanos existen diferencias. Estos resultados obtenidos en la presente investigación son coincidentes con los valores reportados en la parte experimental y también por los estudios realizados por Maldonado et al., (2010), quien logró un rendimiento de 0.978%, que en comparación a los resultados obtenidos es inferior en 1.32 %, por lo que los resultados obtenidos se logró un aumento de rendimiento de 57.39 %, frente a los resultados reportados por esta literatura consultada.

En estudios realizados por Ricardo, (2017), logró un rendimiento de 0.978% que es inferior en 1.31 % que en contraste a los resultados obtenidos se logró un aumento de rendimiento de 57.47 %, frente a los resultados reportados por esta literatura consultada. Concluyendo que la mejor combinación de variables para un óptimo proceso de extracción corresponde al estado fenológico 1 amarillo a potencia 100 % y tiempo de hidrólisis de 7,5 minutos.

## 8.2 Optimización variable pH

Los niveles de estudio de los factores seleccionados para investigar y optimizar las condiciones de extracción de pectina por microondas con relación al PH son: (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, se pueden observar en la Tabla 13.

**Tabla 13** Resultados análisis ANOVA de pH.

FACTOR	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	-3,41061E-13	-1,7053E-13	-4,51404E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	2	1,13687E-13	5,68434E-	1,50468E-12	1

			14		
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	4,54747E-13	1,51582E-13	4,01248E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10:100%) *	4	1,13687E-13	2,84217E-14	7,52339E-13	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION ENMINUTOS	6	3,41061E-13	5,68434E-14	1,50468E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	3,41061E-13	5,68434E-14	1,50468E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * Potencia (5: 50%; 10:100%) * Tiempo extracción en Minutos	12	0,17056	0,01421	0,37623	0,9042 2
Model	35	3,06256	0,0875	2,31622	0,2684 2
Error	3	0,11333	0,03778	0	0
Corrected Total	38	3,1759	0	0	0

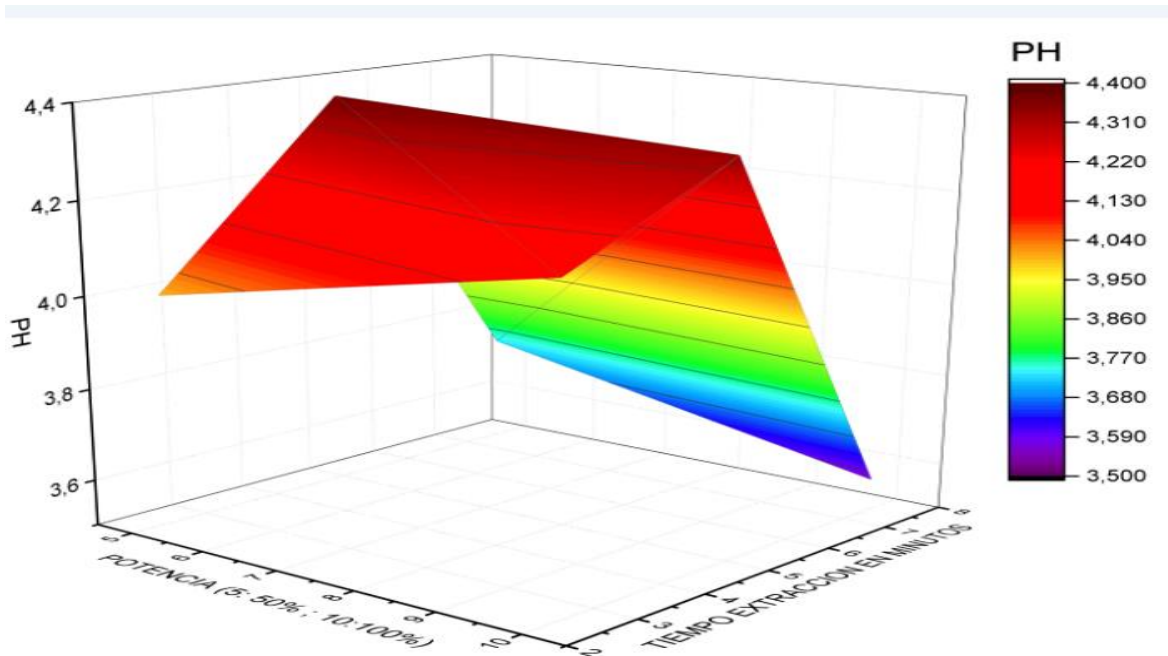
Fuente: Software Statgraphic.

Según el análisis de varianza (ANOVA) que se presenta en la tabla 13, para los datos experimentales de PH de pectina obtenida del albedo y flavedo de la cáscara naranja (*citrus sinensis*) variedad común, debido a que todos los valores p son superiores a 0,05, en la variable rendimiento se determinó que la potencia, el tiempo de extracción y el estado fenológico, en todas sus interacciones no tuvieron efecto estadísticamente significativo sobre el pH (pH 3.5) adecuado para pectinas comerciales.

Para realizar el proceso de optimización de la variable de pH en estado fenológico 1 (amarillo) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 23.

**Ilustración 23** Diagrama de superficie: PH, coloración amarilla.

**Ecuación 6:**  $PH = 1,42 + 0,0566667*Potencia - 0,110667*Tempo\ de\ extracción + 0,0*Potencia^2 - 0,0114667*Potencia*Tempo\ de\ extracción + 0,0165333*Tempo\ de\ extracción^2$



**Tabla 14** Optimización variable PH coloración (amarillo)

<i>Factor</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Óptimo</i>
POTENCIA	5,0	10,0	10,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	7,5

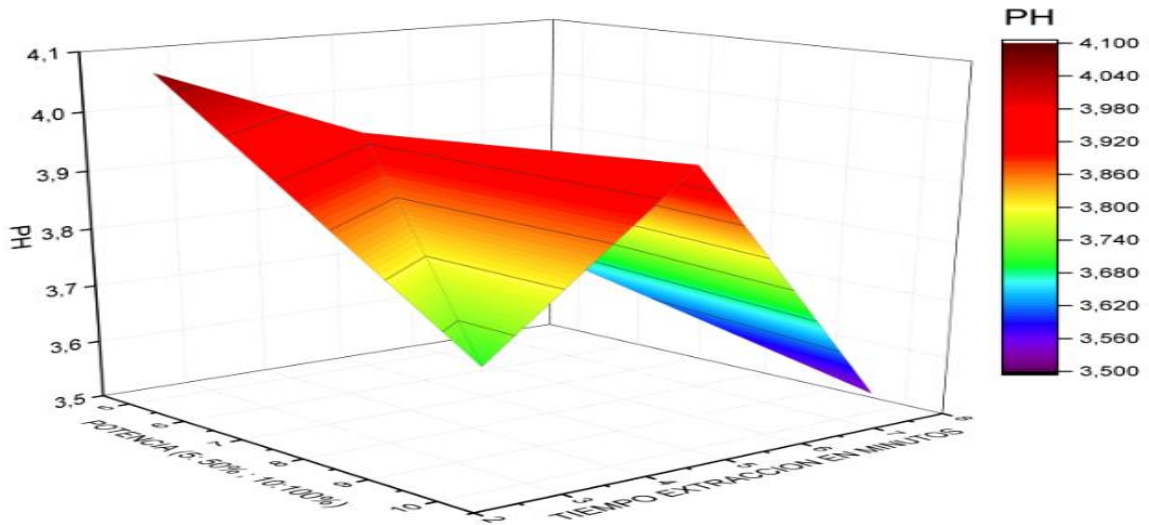
Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 23, se puede observar que el mejor valor de pH se presenta en la región de color violeta, la cual pertenece al estado fenológico 1 (coloración amarilla) con la condición de potencia con 100 % y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos, con un valor de PH adecuado de (3,5). Según la anterior gráfica los valores de pH reportados en el presente estudio se encuentran en los límites indicados para pectinas comerciales.

Para realizar el proceso de optimización de la variable de pH en estado fenológico 2 (Verde) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 24.

**Ilustración 24** Diagrama de superficie: pH, coloración verde.

**Ecuación 7:**  $PH = 3,42174 + 0,0727565*Potencia - 0,0325346*Tiempo\ de\ extracción + 0,00236016*Potencia^2 - 0,0106*Potencia*Tiempo\ de\ extracción + 0,00904003*Tiempo\ de\ extracción^2$



**Tabla 15** Optimización variable PH coloración (verde).

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
POTENCIA	5,0	10,0	10,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	10,0	7,5

Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 24, se puede observar que el mejor valor de pH se presenta en la región de color violeta la cual pertenece al estado fenológico 2 (coloración verde) con la condición de potencia con 100 % y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos con un valor pH de 3,5.

En comparación de los resultados de valor de PH de la pectina obtenida versus el valor arrojado por la pectina de control vemos que en el ensayo (EV1007,5) (estado fenológico verde extracción a potencia 100 % y con tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos) y el ensayo (EA100,75) estado fenológico 1 coloración amarillo con la condición de potencia con 100

% y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos, arrojan como resultados valor de PH de 3,5, deduciendo que existe similitud de valores entre estas pectinas estando entre el rango de pH adecuado de pectinas comerciales vigentes, estos resultados son comparables con los valores reportados por los estudios realizados por Lu, Li, & Huang, (2019) Y Krall, (1998), donde se obtuvieron valores de 3,5; de pH final, valor similar respecto a los datos obtenidos, concluyendo que la mejor combinación de variables para un óptimo proceso de extracción corresponde a potencia 100 % y tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos con ambos estados fenológicos.

### 8.3 Optimización variable grado de esterificación

Los niveles de estudio de los factores seleccionados para investigar y optimizar las condiciones de extracción de pectina por microondas con relación al grado de esterificación son: (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, se pueden observar en la Tabla 16.

**Tabla 16** Resultados análisis ANOVA de grado de esterificación.

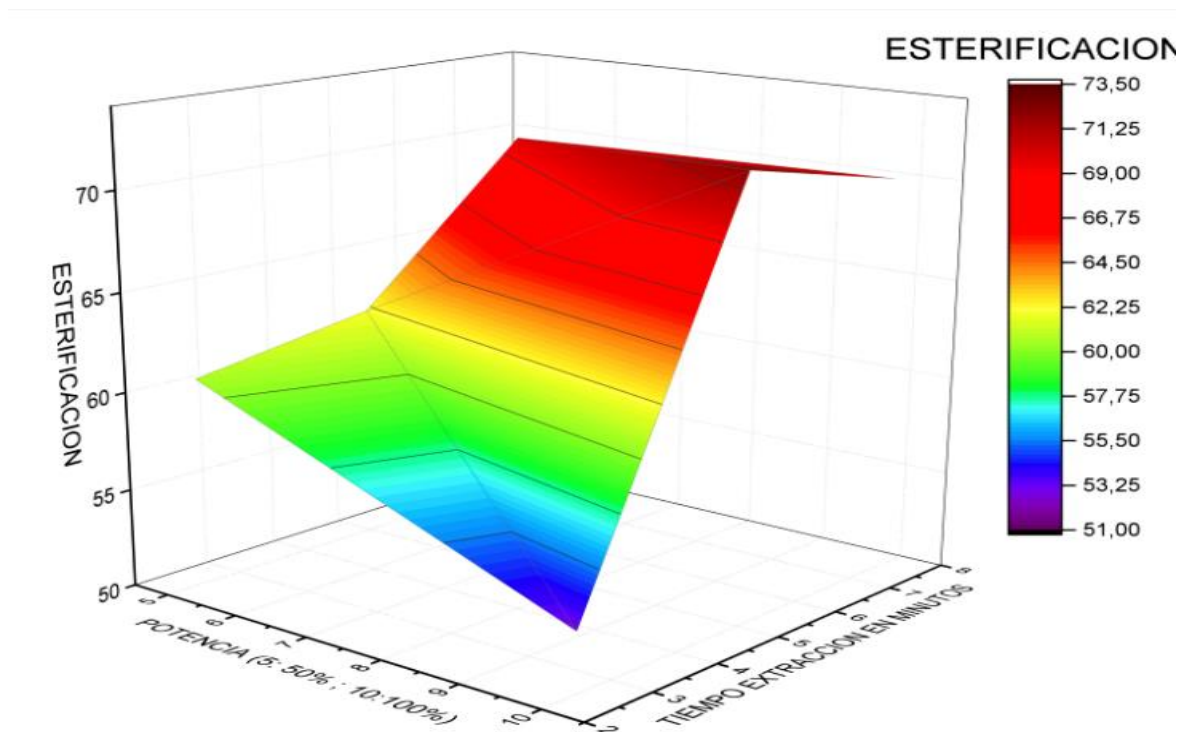
FACTOR	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	-5,82077E-11	-2,91038E-11	-1,27873E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	2	0	0	0	1
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	1,74623E-10	5,82077E-11	2,55746E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	4	5,82077E-11	1,45519E-11	6,39366E-13	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION ENMINUTOS	6	1,45519E-10	2,42532E-11	1,06561E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	5,82077E-11	9,70128E-12	4,26244E-13	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * Potencia (5: 50%; 10:100%) * Tiempo extracción en Minutos	12	549,86607	45,82217	2,01328	0,30861
Model	35	2310,4803	66,01372	2,90044	0,2069
Error	3	68,27973	22,75991	0	0
Corrected Total	38	2378,76003	0	0	0

Fuente: Software Statgraphics.

Según el análisis de varianza (ANOVA) que se presenta en la tabla anterior, para los datos experimentales de Grado de esterificación de pectina obtenida del albedo y flavedo de la cáscara naranja (*citrus sinensis*) variedad común, debido a que todos los valores p son superiores a 0,05, en la variable Grado de esterificación se determinó que la potencia, el tiempo de extracción y el estado fenológico, en todas sus interacciones no tuvieron efecto estadísticamente significativo, debido a esto para realizar el proceso de optimización de la variable de grado de esterificación en estado fenológico 1 (amarillo) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 25.

**Ilustración 25** Diagrama de superficie: Grado de esterificación, coloración amarilla.

**Ecuación 8:** Grado de esterificación = 68,9501 - 2,54421\*Potencia + 4,30592\*Tiempo de extracción + 0,0963929\*Potencia^2 + 0,216\*Potencia\*Tiempo de extracción - 0,722806\*Tiempo de extraccion^2



**Tabla 17** Optimización variable grado de esterificación coloración (amarillo).

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
POTENCIA	5,0	10,0	10,0

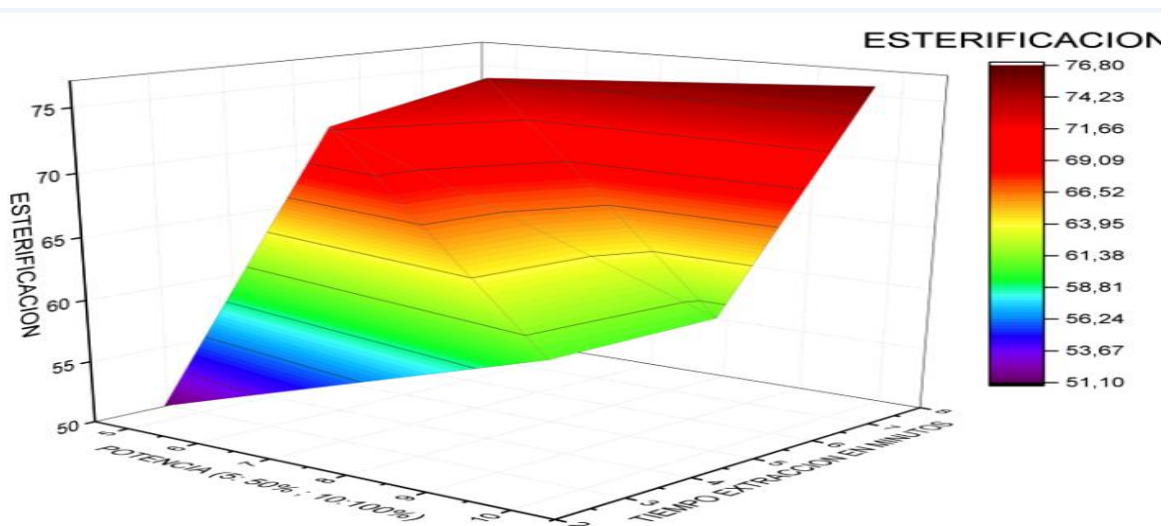
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	5,0
----------------------	-----	-----	-----

Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 25, se puede observar que el mayor grado de esterificación para el estado fenológico 1 (amarillo) se presenta en la región de color rojo en la condición de potencia con 100 % y tiempo de hidrólisis de 5 minutos con un valor de 72. %, Siendo valores superiores a los reportados por la pectina patrón comercial patrón con valor de grado de esterificación de 62 %, para realizar el proceso de optimización de la variable de grado de esterificación en estado fenológico 2 (Verde) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 26.

**Ilustración 26** Diagrama de superficie: Grado de esterificación, coloración verde.

**Ecuación 9:** Grado de esterificación =  $81,9721 - 1,36237*Potencia - 0,0858565*Tiempo$  de extracción -  $0,0599993*Potencia^2 + 0,6*Potencia*Tiempo$  de extracción -  $0,612001*Tiempo$  de extracción<sup>2</sup>





**Tabla 18** Optimización variable grado de esterificación coloración (verde).

<i>Factor</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Óptimo</i>
POTENCIA	5,0	10,0	10,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	7,5

Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 26, se puede observar que el mayor grado de esterificación del estado fenológico 2 (coloración verde) se presenta en la región de color rojo, la cual pertenece a la condición de potencia de 100 % y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos con un valor alto de 76.8 %, grado de esterificación. Siendo valores superiores a los reportados por la pectina patrón comercial patrón con valores de esterificación de 62 %, Estos resultados son comparables con los valores reportados por los estudios realizados por Nan Ren, Yuan Hou, Fan Lu, & Pan, (2019) donde se obtuvieron valores de 74 % grado de esterificación, como también estudios realizados por Morris (2000) quien obtuvo valores de 75. % grado de esterificación, los cuales son valores inferiores respecto a los resultados obtenidos. Al comparar los resultados de las Ilustraciones 24 y 25 de la pectina obtenida podemos concluir que las mejores condiciones para extracción de pectina por este método son a temperatura 100% tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos con estado fenológico verde (2).

#### 8.4 Optimización variable porcentaje de metoxilo.

Los niveles de estudio de los factores seleccionados para investigar y optimizar las condiciones de extracción de pectina por microondas con relación al porcentaje de metoxilo son: (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, se pueden observar en la Tabla 19.

**Tabla 19** Resultados análisis ANOVA de porcentaje de metoxilo.

FACTOR	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	-3,63798E-12	-1,81899E-12	-2,29355E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	2	-2,72848E-12	-1,36424E-12	-1,72016E-12	1
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	2,72848E-12	9,09495E-13	1,14678E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) *	4	0	0	0	1

82 Caracterización fisicoquímica de pectinas provenientes de residuos de naranja (Citrus sinensis) variedad común, generadas mediante extracción asistida por microondas.

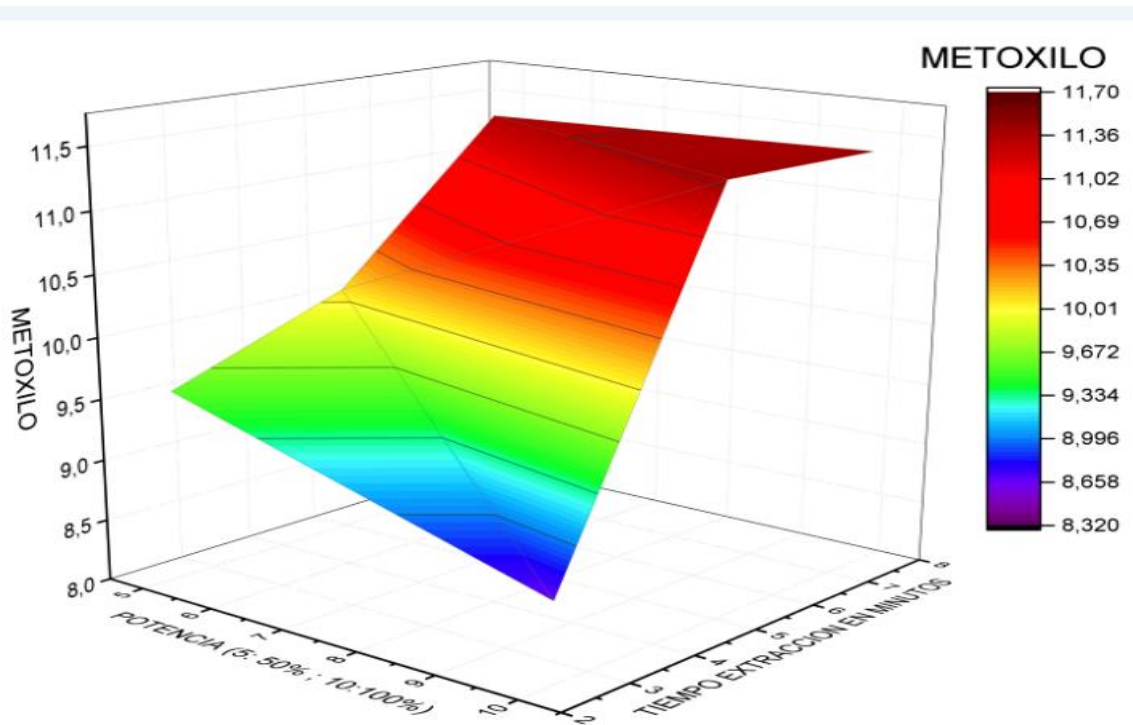
POTENCIA (5: 50%; 10:100%)					
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION ENMINUTOS	6	0	0	0	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	0	0	0	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * Potencia (5: 50%; 10:100%) * Tiempo extracción en Minutos	12	13,13352			0,44348
Model	35	61,18516	1,74815	2,20423	0,28365
Error	3	2,37927	0,79309	0	0
Corrected Total	38	63,56443	0	0	0

Fuente: Software Statgraphics.

Según el análisis de varianza (ANOVA) que se presenta en la tabla 19, para los datos experimentales de porcentaje de metoxilo de pectina obtenida del albedo y flavedo de la cáscara naranja (citrus sinensis) variedad común, debido a que todos los valores p son superiores a 0,05, en la variable de porcentaje de metoxilo se determinó que la potencia, el tiempo de extracción y el estado fenológico, en todas sus interacciones no tuvieron efecto estadísticamente significativo. Para realizar el proceso de optimización de la variable de porcentaje de metoxilo en estado fenológico 1 (amarillo) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 27.

**Ilustración 27** Diagrama de superficie: porcentaje de metoxilo, coloración amarilla.

**Ecuación 10:**  $\text{Metoxilo} = 2,22092 + 1,52513 \cdot \text{Potencia} + 1,09222 \cdot \text{Tiempo de extracción} - 0,0740984 \cdot \text{Potencia}^2 - 0,0608 \cdot \text{Potencia} \cdot \text{Tiempo de extracción} - 0,0688988 \cdot \text{Tiempo de extracción}^2$



**Tabla 20** Optimización variable grado de esterificación coloración (amarillo).

<i>Factor</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Óptimo</i>
POTENCIA	5,0	10,0	10,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	7,5

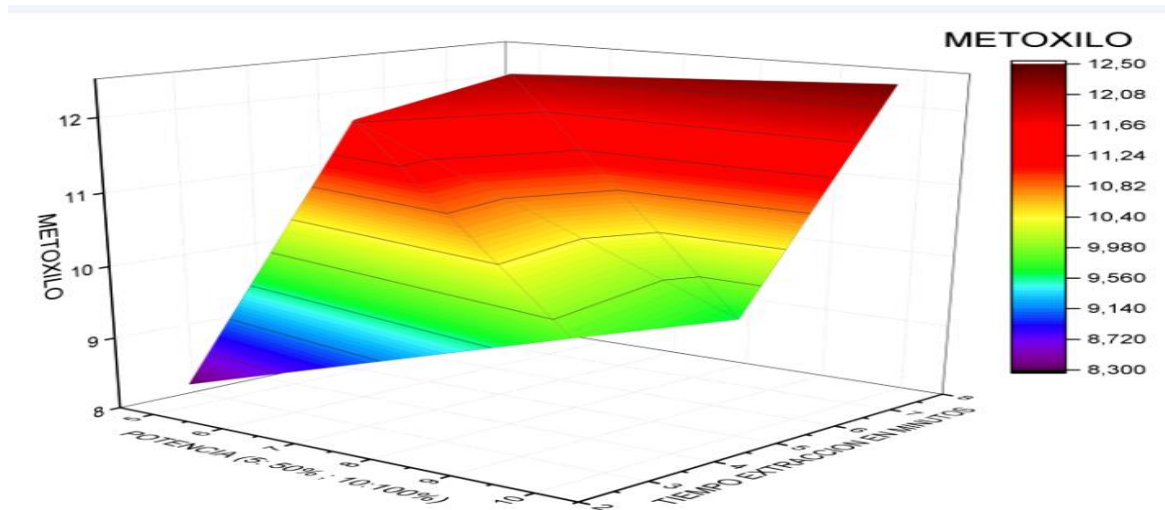
Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 27 se puede observar que el mayor porcentaje de metoxilo del estado fenológico 1 (coloración amarillo), se presenta en la región de color rojo la cual pertenece a la condición de potencia 100 % y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos con un valor de 11,7. % resultados similares con los resultados obtenidos en la parte experimental.

Para realizar el proceso de optimización de la variable de pH en estado fenológico 2 (Verde) se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta, como se visualiza en la Ilustración 28

**Ilustración 28** Diagrama de superficie: Porcentaje de metoxilo, coloración verde.

**Ecuación 11:**  $\text{Metoxilo} = -2,44987 + 2,72127 * \text{Potencia} + 1,23933 * \text{Tiempo de extracción} - 0,155401 * \text{Potencia}^2 - 0,0312 * \text{Potencia} * \text{Tiempo de extracción} - 0,0921996 * \text{Tiempo de extracción}^2$



**Tabla 21** Optimización variable grado de esterificación coloración (verde).

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
POTENCIA	5,0	10,0	10,0
TIEMPO DE EXTRACCION	2,5	7,5	7,5

Fuente: Software Statgraphics.

En la Ilustración 28, se puede observar que el mayor porcentaje de metoxilo del estado fenológico 2 (coloración verde) se presenta en la región de color rojo la cual pertenece a la condición de potencia de 100 % y tiempo de hidrólisis: 7,5 minutos con un valor de 12.50 %.

En comparación con los resultados obtenidos en la parte experimental se observan valores similares con los valores mediante el ajuste de MRS, siendo valores superiores con los reportados por los estudios realizados por Wang, (2005) donde se obtuvieron valores de 8,2 % de metoxilo, por lo tanto en esta investigación se observa un aumento en el porcentaje de metoxilo de un 34.4 %, frente a esta literatura consultada.

En estudios realizados por Zegada, (2015), obtuvo valores de 7,1 %, que en comparación con los resultados obtenidos en esta investigación se observa un aumento en el porcentaje de metoxilo de un 43.2 %, frente a esta literatura consultada.

Al comparar los resultados podemos concluir que las mejores condiciones para extracción de pectina por este método para un adecuado porcentaje de metoxilo se obtienen a temperatura 100% tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos y con el estado fenológico verde.

## **9. Conclusiones**

- Los resultados de esta investigación lograron demostrar que la metodología de extracción de pectina proveniente de residuos de la naranja (*Citrus sinensis*) variedad común; asistida por microondas es una herramienta eficaz para la obtención de pectina, debido a que se logró extraer pectina de buena calidad debido a su buen rendimiento alcanzado del 2,3 % y excelentes propiedades fisicoquímicas como pH adecuado de 3,5; alto grado de esterificación de 76,1 % y alto porcentaje de metoxilo de 12.3 % empleando menor tiempo de proceso de hidrólisis entre 2,5 y 7,5 minutos respectivamente, con excelentes y mayores resultados que la pectina comercial y las fuentes de información investigados; lo que hace que la pectina obtenida sea apta para el uso en la industrial.
- La optimización de las variables del proceso de extracción de pectinas se realizó mediante el software statgraphics aplicando el procedimiento de metodología de superficie de respuesta logrando visualizar las mejores combinaciones de variables para lograr un eficiente proceso de extracción, en donde se muestra que para la variable de rendimiento la mejor combinación de variables corresponde al estado fenológico 1 amarillo a potencia 100 % y tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos; para pH adecuado la mejor combinación de variables corresponde a potencia 100 % y tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos con ambos estados fenológicos; para grado de esterificación las mejores condiciones para extracción de pectina son a temperatura 100% (700 Watts) y tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos, con el estado fenológico verde y para porcentaje de metoxilos las mejores condiciones para extracción de pectina se obtienen a temperatura 100% y tiempo de hidrolisis de 7,5 minutos con estado fenológico verde, en el análisis de varianza (ANOVA) todos los valores de p resultaron superiores a 0,05, , en todas sus interacciones determinando que los resultados no presentaron diferencias estadísticamente significativas
- Se logró identificar y confirmar en todas las muestras obtenidas la presencia de pectina mediante espectroscopia de infrarrojo detallando la presencia de grupos funcionales que

la caracterizan, como el grupo carboxilato  $-\text{COO}-$ , anillos benzoicos, grupo C-O, grupo carbonilo, grupos ácido carboxílico  $\text{R-COOH}$ , grupo hidroxilo  $-\text{OH}$ , analizando y comparándolos con las características de una pectina comercial y la información brindada por la literatura consultada, los cuales fueron útiles para determinar el alto grado de esterificación y porcentaje alto metoxilo.

- De acuerdo con los resultados obtenidos y comparados con fuentes de información y los resultados de caracterización de la pectina comercial, los residuos de naranja son una fuente promisoría de materia prima para la obtención de pectinas mediante el método EAM, generando una posible alternativa que puede contribuir significativamente con la disminución de la contaminación ambiental.

## 10. Recomendaciones

- Se recomienda realizar la extracción de pectina en residuos de la naranja de otras variedades como la valencia y tangelo, puesto que estas variedades se han consolidado como las principales materias primas en las industrias de productos cítricos.
- En cuanto a la coloración de la pectina extraída se deben realizar tratamientos de mayor limpieza y desinfección a los residuos de la naranja o materia prima de extracción, con el fin de lograr una coloración más típica de la pectina comercial, puesto que la coloración clara es una característica importante que influye en su comercialización.
- Para disminuir los costos de producción se recomienda acondicionar el proceso de precipitación de la pectina; realizando estudios que permitan optimizar la concentración y la cantidad de etanol empleado.
- En cuanto al proceso de filtración se recomienda optimizar la precipitación y el lavado de la pectina extraída mediante filtración con bomba de vacío, paños de filtración más densos y proponer solventes amigables como el etanol y solventes orgánicos con el medio ambiente.



# 11. Anexos

**Anexo 1.** Resultados análisis ANOVA de rendimiento con relación a: (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, obtenidos en la extracción de pectina proveniente de residuos orgánicos de naranja (*citrus sinensis*), variedad común.

ANOVA:ProcWay (13/03/2019 09:25:12)

Descripción de datos

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	18	64,92222	7,09204	1,89924	48,97417	0	18
2	18	65,75111	6,31292	1,65008	40,73043	0	18
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%)**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
5	10	64,97778	6,22826	1,96895	39,07118	0	10
10	10	65,36222	6,34824	1,98713	39,95473	0	10
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2,5	12	56,209	4,93476	1,39907	24,56406	0	12
5	12	66,666	6,78810	1,97000	46,06611	0	12
7,5	12	75,015	3,10790	0,89719	6,05943	0	12
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%)**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	9	64,13333	4,51210	1,50427	20,3554	0	9
10	9	65,11111	6,27883	2,07461	39,39944	0	9
2	9	66,22222	11,03774	3,67205	121,28167	0	9
5	9	65,000	7,38111	2,42817	54,94179	0	9
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	2,5	56,81	4,34139	1,81033	19,6638	0	6
1	5	67,03407	6,70853	2,36912	33,60000	0	6
1	7,5	69,09	1,01935	0,05987	2,6120	0	6
2	2,5	59,78	4,09406	2,02852	24,9406	0	6
2	5	66,17333	6,20823	2,47121	30,90776	0	6
2	7,5	75,3	1,12583	0,47188	1,336	0	6
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) \* TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
5	2,5	56,42222	3,18119	2,38119	10,51144	0	6
5	5	66,844	6,76818	2,59706	45,45077	0	6
5	7,5	72,08889	2,75512	1,12477	7,54667	0	6
10	2,5	66,66667	4,27478	1,74481	18,2821	0	6
10	5	66,222	6,36603	2,01231	40,4503	0	6
10	7,5	71,83333	3,52761	1,48047	12,80447	0	6
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) \* TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	2,5	50,62	6,691	0,34669	6,3612	0	3
1	5	62,01007	2,67886	1,18801	6,99053	0	3
1	7,5	69,73333	1,93731	0,88797	2,36333	0	3
10	2,5	63	2,20120	1,32288	6,26	0	3
10	5	72,02007	1,02731	0,93253	2,04813	0	3
10	7,5	70,12667	2,01200	1,16222	1,08213	0	3
2	2,5	61,22222	0,92292	0,05204	0,00809	0	3
2	5	71,84333	1,61203	0,9307	2,99863	0	3
2	7,5	74,4	0,52015	0,30251	0,28	0	3
5	2,5	60,33007	0,23072	0,11321	0,05323	0	3
5	5	60,59333	0,35218	0,20333	0,12403	0	3
5	7,5	70,2	0,79373	0,45820	6,69	0	3
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	6,82077E 11	2,01028E 11	1,27873E 12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS	3	1,71623E 10	6,82077E 11	2,66718E 12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%)	4	5,82077E 11	1,45519E 11	0,52880E 13	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS * POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%)	6	1,16610E 10	2,42622E 11	1,06661E 12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS * POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) * TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS	12	548,80007	45,73337	2,01326	0,00001
Model	36	2310,4803	64,01372	2,00041	0,2060
Error	3	65,27973	22,75991	0	0
Corrected Total	38	2375,76003	0	0	0

At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) \* TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10: 100%) \* TIEMPO DE EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.

## Anexo 2 Resultados análisis ANOVA de pH con relación a: (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, obtenidos para la extracción de pectina proveniente de residuos orgánicos de naranja (*citrus sinensis*), variedad común.

ANOVA: ThreeWay (13/03/2019 09:20:1

Descriptive Statistics

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)							
	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	10	4,02270	0,31023	0,07312	0,09824	0	10
2	18	3,81111	0,2028	0,04776	0,04106	0	18
NA	3	3,53333	0,06774	0,03333	0,00333	0	3

POTENCIA (5: 50%; 10:100%)							
	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
5	18	3,98111	0,24287	0,05725	0,05890	0	18
10	18	3,87778	0,3154	0,07434	0,09848	0	18
NA	3	3,53333	0,06774	0,03333	0,00333	0	3

TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS							
	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2,5	12	3,58333	0,19402	0,05618	0,03768	0	12
5	12	4,15	0,21532	0,06210	0,04630	0	12
7,5	12	3,626	0,08653	0,02787	0,00332	0	12
NA	3	3,53333	0,06774	0,03333	0,00333	0	3

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10:100%)

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	5	4,02270	0,28294	0,09428	0,08	0	5
	10	4,02222	0,35277	0,11759	0,12444	0	10
2	5	3,81111	0,18333	0,06111	0,03333	0	5
	10	3,73333	0,2	0,06007	0,04	0	10
NA	3	3,53333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	2,5	4,08333	0,1160	0,04773	0,01367	0	6
	5	4,36	0,06477	0,02238	0,003	0	6
2	2,5	3,65	0,10488	0,04282	0,011	0	6
	5	3,88333	0,2157	0,08724	0,04967	0	6
3	2,5	3,65	0,06477	0,02238	0,003	0	6
	5	3,8	0,03944	0,01551	0,000	0	6
NA	3	3,53333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3

POTENCIA (5: 50%; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2,5	6	4,03333	0,08186	0,03333	0,00867	0	6
5	6	4,15	0,21532	0,06210	0,04630	0	6
7,5	6	3,7	0,06125	0,02487	0,004	0	6
10	6	3,93333	0,26563	0,10853	0,07097	0	6
NA	3	3,53333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	2,5	4,36889	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
	6	3,73333	0,09774	0,03333	0,00333	0	3
2	2,5	4,10000	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
	6	3,33333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
3	2,5	3,58889	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
	6	4,08889	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
4	2,5	3,93333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
	6	3,96667	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
5	2,5	3,66667	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
	6	3,7	0,1	0,05774	0,01	0	3
NA	3	3,53333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3
NA	3	3,53333	0,05774	0,03333	0,00333	0	3

ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	3,41081E-13	-1,70540E-13	-4,51404E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	2	1,13607E-13	5,68434E-14	1,50480E-12	1
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	4,54747E-13	1,51582E-13	4,01249E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10:100%)	4	1,13607E-13	2,84217E-14	7,52338E-13	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	3,41081E-13	5,68434E-14	1,50480E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	3,41081E-13	5,68434E-14	1,50480E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	12	0,17058	0,01421	0,37823	0,90422
Model	24	3,02258	0,0878	2,31622	0,26642
Error	3	0,11333	0,03778	0	0
Corrected Total	30	3,1759	0	0	0

At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50%; 10:100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10:100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50%; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.

**Anexo 3** Resultados análisis ANOVA de grado de esterificación con relación a:  
 (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, obtenidos para la extracción de pectina proveniente de residuos orgánicos de naranja (*citrus sinensis*), variedad común

ANOVA: Why (13/03/2019 09:25:17)

Descriptive Statistics

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	18	84,60222	7,06024	1,86624	40,07417	0	18
2	18	67,70111	9,31299	2,18208	80,70045	0	18
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**POTENCIA (5: 50% ; 10:100%)**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
5	18	88,07778	8,22626	1,93805	67,8713	0	18
10	10	85,38556	0,34854	1,9670	89,88474	0	10
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2,5	17	66,398	4,33476	1,06807	20,96606	0	17
5	12	66,800	2,39491	0,68300	35,30861	0	12
7,5	12	72,810	3,10708	0,80710	0,86043	0	12
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10:100%)**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	6	84,15556	4,01128	1,66477	28,5054	0	6
10	6	65,05111	0,23883	3,07961	85,35991	0	6
2	6	85,02222	11,03774	3,67625	121,03187	0	6
10	6	65,60	7,90311	2,83437	82,45912	0	6
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2,5	6	65,811	4,43439	1,81033	18,9038	0	6
5	6	67,03889	5,74862	2,38842	33,60006	0	6
7,5	6	69,90	1,81835	0,85807	2,8128	0	6
2,5	6	70,78	4,98488	2,03669	24,9458	0	6
5	6	68,17333	6,29623	2,57128	39,88775	0	6
7,5	6	76,3	1,18686	0,47188	1,368	0	6
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2,5	6	65,82107	5,10112	2,10702	20,03714	0	6
5	6	66,945	5,70018	2,32709	32,49207	0	6
7,5	6	72,08889	2,78912	1,12477	7,54057	0	6
2,5	6	58,86033	4,27428	1,74468	10,2693	0	6
5	6	68,285	6,38003	2,61201	40,94503	0	6
7,5	6	73,16333	3,59701	1,40847	12,93847	0	6
NA	3	62,2	3,01993	1,74356	9,12	0	3

**ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS**

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	2,5	66,62	0,6071	0,24600	0,3612	0	3
1	5	67,04007	2,57881	1,48561	6,06978	0	3
1	7,5	68,73333	1,53731	0,88757	2,30533	0	3
2	2,5	69	2,20120	1,32289	6,26	0	3
2	5	72,02887	1,82721	0,68683	2,59183	0	3
2	7,5	70,12887	2,01289	1,1822	4,05213	0	3
10	2,5	51,29333	0,89287	0,55304	0,60885	0	3
10	5	71,84333	1,61203	0,9307	2,59893	0	3
10	7,5	74,9	0,26016	0,38661	0,28	0	3
2	2,5	60,33687	0,25072	0,13321	0,06523	0	3
2	5	60,80333	0,35718	0,20333	0,17403	0	3
2	7,5	76,2	0,79373	0,45826	6,63	0	3
NA	NA	3	62,2	3,01993	1,74356	0	3

ANOVA

Overall ANOVA

Model	Sum of Squares	Mean Square	F Value	P Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	6,8377E 11	2,0708E 11	1,2187E 12
POTENCIA (5: 50% ; 10:100%)	3	0	0	0
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	1,74823E 10	6,82077E 11	2,66748E 12
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50% ; 10:100%)	4	6,8377E 11	1,16610E 11	6,30808E 13
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	1,45519E 10	2,42532E 11	1,06501E 12
POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	6,8377E 11	0,70128E 12	4,26241E 13
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	19	548,80007	45,89917	2,0150E 0,30861
Model	35	2310,4803	66,01372	2,90044
Error	3	68,27073	22,75691	0
Corrected Total	38	2378,75003	0	0

At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50% ; 10:100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.

**Anexo 4** Resultados análisis ANOVA de porcentaje de metoxilo con relación a: (F1: Estado fenológico; F2: Tiempo de extracción; F3: potencia, obtenidos para la extracción de pectina proveniente de residuos orgánicos de naranja (*Citrus sinensis*), variedad común.

ANOVA: ThreeWay (17/03/2019 09:24:03)

Descriptive Statistics

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)							
	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	18	10.40358	1.13537	0.29761	1.28906	0	18
2	18	10.60222	1.04817	0.26873	2.28187	0	18
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

POTENCIA (5: 50%; 10: 100%)

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
5	18	10.64222	1.28107	0.32644	1.61814	0	18
10	18	10.54358	1.33552	0.31490	1.78441	0	18
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2.5	12	9.98983	0.70948	0.20481	0.50337	0	12
5	12	10.69333	0.95135	0.27752	0.92410	0	12
7.5	12	11.8	0.40727	0.14935	0.24727	0	12
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10: 100%)

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
1	18	10.40358	1.40308	0.46769	1.96050	0	18
2	18	10.70722	1.78876	0.55862	3.27814	0	18
10	18	10.60222	1.34745	0.44915	1.81564	0	18
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2.5	6	0.1	0.64022	0.26137	0.40988	0	6
5	6	10.746	0.78878	0.32201	0.62216	0	6
7.5	6	11.28687	0.24221	0.08003	0.05587	0	6
10	6	9.09107	0.83507	0.34081	0.70754	0	6
15	6	10.04167	1.18518	0.48385	1.40466	0	6
7.5	6	12.29333	0.18619	0.07601	0.03467	0	6
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2.5	6	8.08833	0.76080	0.24947	0.68264	0	6
5	6	10.09187	0.85771	0.30202	0.67983	0	6
7.5	6	11.71687	0.44807	0.15333	0.23187	0	6
10	6	9.24333	0.86602	0.28751	0.48807	0	6
15	6	10.20687	1.03382	0.43708	1.06878	0	6
7.5	6	11.88833	0.67067	0.23208	0.52067	0	6
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS

	N	Mean	SD	SEM	Variance	Missing	NonMissing
2.5	3	0.66667	0.61082	0.30176	0.35863	0	3
5	3	10.07687	0.45347	0.28101	0.20583	0	3
7.5	3	11.33333	0.23084	0.13333	0.05333	0	3
10	3	8.64333	0.37207	0.21481	0.13843	0	3
15	3	11.41333	0.08866	0.05666	0.00973	0	3
7.5	3	11.1	0.3	0.17321	0.09	0	3
10	3	8.82	0.03864	0.02	0.0012	0	3
15	3	11.08007	0.22203	0.12719	0.04553	0	3
7.5	3	12.1	0.1	0.07744	0.01	0	3
10	3	0.84333	0.04103	0.02404	0.00173	0	3
7.5	3	0.60667	0.43217	0.21080	0.18703	0	3
7.5	3	12.06667	0.16276	0.08810	0.02554	0	3
NA	3	10.20333	0.40004	0.23086	0.16003	0	3

ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F-Value	P-Value
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE)	2	3.63798E-12	1.81899E-12	2.20266E-12	1
POTENCIA (5: 50%; 10: 100%)	2	-7.72848E-17	-1.36474E-17	-1.77018E-17	1
TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	3	2.72898E-12	0.00091E-12	1.14678E-12	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10: 100%)	4	0	0	0	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	0	0	0	1
POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	6	0	0	0	1
ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) * POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) * TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS	12	13.13362	1.09446	1.38	0.44348
Model	30	61.18510	1.74815	2.26428	0.28300
Error	3	7.37297	0.79308	0	0
Corrected Total	38	68.55807			

At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.  
 At the 0.05 level, the population means of ESTADO FENOLOGICO (1: AMARILLO; 2: VERDE) \* POTENCIA (5: 50%; 10: 100%) \* TIEMPO EXTRACCION EN MINUTOS are not significantly different.

## 12. Bibliografía

- Administración Nacional de Medicamentos, A. y. (2013). Aditivos en los alimentos. Recuperado de: <http://www.anmat.gov.ar/consumidores/alimentos/aditivos.pdf>.
- Araque Arango, f., & Moscoso Méndez, r. (2013). Propuesta de diseño del proceso productivo para la obtención de pectina a base de residuos cítricos en Colombia. Pontifical Universidad Javeriana, Bogotá.
- Atmodjo et al., 2013MA Atmodjo, Z. Hao, D. Mohnen Evolución de las vistas de la biosíntesis de pectina. *Annual Review of Plant Biology* , 64 ( 1 ) ( 2013 ) , pp. 752
- Aristizabal, G. E. (2009). Caracterización de frutas y hortalizas en Colombia. Obtenido de Cítricos: <http://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/828/9/C%C3%ADtricos.pdf>
- Association, (2001). Safety and Legal Status of Pectins. Facts about pectin, Recuperado de: <http://www.ippa.info/safety.htm>.
- Belén Sainz, R. (2008). Maceración enzimática de tejidos vegetales. Acción de protopectinasa de *Geotrichum klebahnii* sobre cáscara de pomelo. Bernal, Argentina: Universidad Nacional de Quilmes. Recuperado de: [http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2192/Documento\\_completo.pdf?sequence=1](http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2192/Documento_completo.pdf?sequence=1)
- Benyahia, H. (2017). Rendimiento, grado de esterificación y evaluación del peso molecular de pectinas aisladas de cáscaras de naranja y pomelo en diferentes condiciones. *Dial.net*, 7.
- Betancourt, L., & LLano Moreno, J. (2009). Extracción de pectinas a partir de los subproductos del beneficio del cacao. Universidad EAFIT, 42.
- Cáceres Castellón, K., & Rivas Castro, M. V. (2004). Comparación del poder de gelificación de la pectina comercial con pectina extraída de la cáscara de naranja variedad valencia. Universidad de el salvador, facultad de química y farmacia, san salvador, el salvador. Recuperado de: <http://ri.ues.edu.sv/5535/1/10127878.pdf>,
- Cerón Salazar, I., & Cardona Alzate, (2011). Integral evaluation process for obtaining pectin and essential oil from orange peel. *Ingeniería Y Ciencia*.
- Charchalac Ochoa, L. (2008). Efecto del agente de extracción y tiempo de hidrólisis ácida en el rendimiento de pectina de cáscaras de maracuyá (*Passiflora edulis var. flavicarpa*).

- Zamorano, Honduras: recuperado de: <https://bdigital.zamorano.edu/bitstream/11036/5401/1/AGI-2008-T011.pdf>
- Chasquibol, N. (2010). Aplicación de la espectroscopia FT-IR en la identificación de polisacáridos. *Revista Peruana de Química*, 13-14.
- Chávez Milla, J. M. (2006). Extracción de pectina a partir de cáscara de "naranja criolla" (*Citrus aurantium*L.) proveniente de la Provincia de Rodríguez de Mendoza. Triunfo, Chachapoyas, Perú: Investigaciones Amazonenses. Recuperado de: <http://repebis.upch.edu.pe/articulos/invest.amazon/v3n1/a5.pdf>
- De, G., Correa, C., Garza, Y., Rodríguez, J., & Noé, C. (1999). Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=47543203>.
- Devia Pineda, J. E. (2002). Proceso para producir Pectinas Cítricas. *Revista Universidad EAFIT* No. 129, PP., 23-25.
- Durán Barón, R. (2014). Extracción asistida por microondas de aceite esencial y pectinas de cáscaras de naranja a diferentes estados de madurez. *Universidad de Cesar*, 152.
- Dranca, F., & Oroian, M. (2018). Extracción, purificación y caracterización de pectina de fuentes alternativas con aplicaciones tecnológicas potenciales. *sciences direct*, 23.
- FAO, (2001). Criteria for Replacement of Older Methods. Revision of Food and Nutrition Paper No. 5, Recupérate de: <http://www.fao.org/3/A0691E04.htm>.
- Ferreira Lazarte, Á. (2015). Obtención de pectooligosacáridos derivados de pectinas de cítricos y de manzana utilizando extractos enzimáticos comerciales. *Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación*, 22.
- Fidalgo, A. (2017). Controlling the Degree of Esterification of Citrus Pectin for Demanding Applications by Selection of the Source. *ACS Autor Chorce*, 6,7.
- Fisman, M. (2000). Extracción de pectina por calentamiento por microondas bajo presión. *FPO*, 426.
- García Montoya, C., & Penagos Gómez, C. E. (2011). El entorno comercial de la pectina en la industria alimentaria antioqueña. *Escuela de Ingeniería de Antioquia*, recuperado de: <https://repository.eia.edu.co/bitstream/11190/680/1/RSO00072.pdf>.
- García Villegas, V., Neptalí, B., & Guzmán Lezama, E. (2013). Equilibrio de biosorción de plomo (ii) y caracterización mediante FTIR Y SEM-EDAX en pectina reticulada proveniente de cáscaras de naranja. *Redalyc*, 262.

- Gilbert, J. P. i. (2001). Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de melocotón. Universitat de Lleida. Departamento de Tecnología de Alimentos.
- Gómez, R. Yáñez, JC Parajó, JL Alonso. Producción de oligosacáridos derivados de pectina a partir de cáscaras de limón por extracción, hidrólisis enzimática y filtración por membrana, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, (2016), pp. 239
- Guoa, X., Hana, D., Xia, H., Lei, R., & Liao, X. (2012). Extraction of pectin from navel orange peel assisted by ultra-high pressure, microwave or traditional heating: A comparison. Elsevier, 446
- Guolin, H. (2012). Application of Ionic Liquids in the Microwave-Assisted Extraction of Pectin from Lemon Peels. Hindawi Publishing Corporation, 7.
- Higuera, L. (2019). Tesis de grado. *UNAD*, 61.
- Wang, J. K.; Rosy, T. H.; Contaminas, M. y J. L. Konkani. "Comparison of dialysis and metal precipitation effects on apple pectins". *Journal of Food Science* 57, 1992.
- Icontec. (2001). Norma técnica colombiana NTC1582. Icontec, Recuperado de: <http://files.aditalimentarios.webnode.es/200000043-87230881b3/NTC%201582.pdf>.
- Iqbal, M. (2010). The role of pectin in Cd binding by orange peel biosorbents: A comparison of peels, depectinated peels and pectic acid. *Science Direct*, 905.
- Jordi, P. (1998). Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de melocotón. *Servei de Publicacions*, 68.
- Kazemi, M., Khodaiyan, F., & SaeidHosseini, S. (2019). Utilización de desechos de procesamiento de alimentos de la berenjena como fuente de alto potencial de pectina y caracterización de la pectina extraída. Elsevier, 342.
- Kazemi, M., Khodaiyan, F., & SaeidHosseini, S. (2019). Utilización de desechos de procesamiento de alimentos de la berenjena como fuente de alto potencial de pectina y caracterización de la pectina extraída. *Elsevier*, 342.
- Malajovich, M. A. (2015). Biodegradación de pectina. *Biotecnología: enseñanza y divulgación*, PP: 1-6 Recuperado de: [https://bteduc.com/guias\\_es/77\\_Biodegradacion\\_de\\_pectina.pdf](https://bteduc.com/guias_es/77_Biodegradacion_de_pectina.pdf).
- Maldonado Culquimboz, Y., Salazar Ocampo, S., Millones, C., & Vásquez, E. (2010). Extracción de pectina mediante el método de hidrólisis ácida en frutos de maushan (*Vasconcellea weberbaueri* (Harms) V.M. Badillo) provenientes del distrito de San Miguel de Soloco, región Amazonas. *scielo*, 136



- MendozaVargas, L. (2017). Evaluación de la pectina extraída enzimáticamente a partir de las cáscaras del fruto de cacao (*Theobroma cacao* L.). *Scielo.org*, 134.
- Minkov, S. Minchev, A, & Paev, K. (1996). Modelling of the hydrolysis and extraction of apple pectin. *Science Direct*, 29, 107–
- Minera, Seguridad. (2016). Residuos: clasificación, riesgos y contaminación. *Seguridad Minera*, 3.
- Ministerio de ambiente. (2018). En cuenta regresiva para limpiar Colombia. *Noticias Minambiente*, 2
- Mohamed, H. (2016). Extraction and characterization of pectin from grapefruit peels. *Medcrave*, 33.
- Morris, G. (2000). The effect of the degree of esterification on the hydrodynamic properties of citrus pectin. *Elsevier*, 234.
- Molina Soler, D. E. (2016). Extracción de pectina de frutos amazónicos mediante un proceso asistido por microondas. *Universidad Nacional de Colombia*, 67.
- MKral, S. (1998). Pectin Hydrolysis: Effect of Temperature, Degree of Methylation, pH, and Calcium on Hydrolysis Rates. *U.S. Department of Agriculture, A*, 1313.
- Mueckay Varerles, M. A. (2016). Obtención de la pectina a partir de desechos industriales de maracuyá. *Monografias*, <https://www.monografias.com/trabajos59/obtencion-pectina/obtencion-pectina2.shtml>.
- Muñoz Almagro, N. (2015). Obtención y caracterización de pectinas modificadas mediante tratamientos químicos y físicos. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid.
- Nan Ren, J., Yuan Hou, Y., Fan Lu, G., & Pan, Y. (2019). Extracción de pectina naranja basada en la interacción entre caseinato de sodio y pectina. *Elsevier*, 270.
- La Cava, E., Gerbino, E., & Gómez, Z. (2018). Caracterización de pectinas extraídas de diferentes variedades de pomelos rosados / rojos y blancos [*Citrus Paradisi* (Macf.)] Por tratamiento térmico y termosonicación. *Scopus*, 1618.
- Lajolo, F. M. (2002). FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 25(1), pp, 104
- Lefsih, K. (2017). Pectina de *Opuntia ficus indica*: optimización de la extracción asistida por microondas y caracterización preliminar. *Science Direct*, 17-18.



- Li, D. Q., Jia, X., Wei, Z., & Liu, Z. Y. (2012). Box–Behnken experimental design for investigation of microwave-assisted extracted sugar beet pulp pectin. *Carbohydrate Polymers*, 88(1), 342–346.
- Lin Su, D., Jun Li, P., Joven Quek, S., Zhi-Qin, H., Yu-Jun, Y., Yang- Li, G., y otros. (2019). Extracción y caracterización eficientes de pectina de cáscara de naranja mediante un surfactante combinado y un proceso asistido por microondas. *Elsevier*, 6.
- López Martínez, N. J., Sañudo Barajas, A., & Aguilar, C. N. (2011). Pectina de mango. *Ciencia cierta*, <http://www.posgradoeinvestigacion.uadec.mx/CienciaCierta/CC27/7.html>
- Lu, J., Li, J., & Huang, J. (2019). Extracción y caracterización de pectina de *Premna microphylla* Turcz hojas. *sciencedirect*, 323.
- Online, B. (2016). Pectina. Recuperado de: [https://www.botanicalonline.com/aditivos\\_espesantesygelificantes\\_pectina.htm](https://www.botanicalonline.com/aditivos_espesantesygelificantes_pectina.htm).
- Osmopharm SA. (2014). Aditivos alimentarios. Recuperado de: <http://www.aditivosalimentarios.com/index.php/codigo/440i/pectin>
- Ospina rodríguez, A. (2004). Selección de proceso de extracción de pectina a partir de cáscaras de naranja basado en indicadores. Bogotá-Colombia: universidad de los andes. Facultad de ingeniería.
- Paredes, J. (2015). Efecto del grado de madurez sobre las propiedades fisicoquímicas de pectinas extraídas de cascotes de guayaba (*Psidium guajava* L.). *Scielo.org*, 7. Prakash, M., Sivakumara, V., & Thirugnanasambandham, K. (2013). Optimization of microwave assisted extraction of pectin from orange peel. *Elsevier*, 703-709.
- Pasandide, F. Khodaiyan, ZE Mousavi, SS Hosseini Optimización de la extracción de pectina acuosa de cáscara de *Citrus medica* Polímeros de carbohidratos, 178 (2017), pp. 32
- Púa R., A., Barreto R., G., & Vallejo F, (2015). Universidad del Atlántico. Extracción y caracterización de la pectina obtenida a partir de la cáscara de limón Tahití (págs. 183-190). Barranquilla-Colombia: Facultad de Ingenierías y Arquitectura.
- Ramírez Díaz, & Acevedo Berger, v. (2011). Análisis técnico y económico de la pectina, a partir de la. Universidad de san buenaventura Cali, 55.
- Ricardo, D. (2017). Estudio experimental para el diseño de una planta industrial para la producción de pectinas a partir de mango y naranja. Universidad de Antioquia, 63-72.

- Rodríguez Rodríguez , K. (2004). "Extracción y evaluación de pectina a partir de la cáscara de naranja de las variedades citrus sinensis citrus paradisi propuesta de diseño de planta piloto. El Salvador: Universidad de el salvador.
- Rojas LI, J. P., Perea A, A., & Stashenko, E. E. (2009). Obtención de aceites esenciales y pectinas a partir de subproductos de jugos cítricos. Recuperado de: <http://www.scielo.org.co/pdf/vitae/v16n1/v16n1a13.pdf>
- Rubiano, M. P. (07 de abril de 2017). Científicos quieren limpiar los ríos con cáscaras de naranjas. El Rio, págs. 2- 4.
- Saeid Hosseini, S. (2016). Optimización de la extracción asistida por microondas de pectina de cáscara de naranja agria y sus propiedades fisicoquímicas. Sciencedirect, 26
- Salazar Iribe, A., & Gamboa de Buen, A. (2013). Importancia de las pectinas en la dinámica de la pared celular durante el desarrollo vegetal. scielo.org, Pp: 66-69 Recuperado de: <http://www.scielo.org.mx/pdf/reb/v32n2/v32n2a3.pdf>.
- Santos, J. D. G., Espeleta, A. F., Branco, A., & de Assis, S. A. (2013). Aqueous extraction of pectin from sisal waste. Carbohydrate Polymers, 92.
- Shekhar, (2015). Development of a fibrous assembly from orange peel extract: characterization and antibacterial activity. Department of mechanical engineering, 6
- Silva, N. C., Benítez, E. A., & Gomero, J. C. M. (2008). Extracción y caracterización de pectinas obtenidas a partir de frutos de la biodiversidad peruana. *Ingeniería Industrial*, (26), 175–199. <https://doi.org/ISSN 1025-992>
- Stechina, D. (2005). Estudios de obtención de pectina aplicando procesos de membrana. Instituto de Tecnología de Alimentos – Facultad de Ingeniería Química (U.N.L.), PP.; 18-26 Recuperado de: <http://bibliotecavirtual.unl.edu.ar:8080/tesis/bitstream/handle/11185/241/tesis.pdf?sequence=1>.
- Tamaki, T. Konishi, M. Fukuta, M. TakoAislamiento y caracterización estructural de pectina del endocarpio de *Citrus depressa* Food Chemistry, 107 (1) (2008), pp. 357
- Torre F. 2005. Apuntes de espectrometría. Fonaments químics. Universidad de Girona. España. Pag. 16

- Torres, Ramiro, Montes, Everaldo J, Pérez, Omar A, & Andrade, Ricardo D. (2013). Relación del Color y del Estado de Madurez con las Propiedades Fisicoquímicas de Frutas Tropicales. *Información tecnológica*, 24(3), 51-56. Recuperado de: <https://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642013000300007>.
- Urango Anaya, K. J., Ortega - Quintana, F. A., Vélez Hernández, G., & PérezSierra, Ó. A. (febrero de 2018). Extracción Rápida de Pectina a Partir de Cáscara de Maracuyá (*Passiflora edulis flavicarpa*) empleando Microondas. Recuperado de: <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642018000100129>
- Valenzuela, L. (2014). Estudio comparativo del efecto metabólico de arepas enriquecidas con pectina extraída de guayaba (*Psidium guajava* L.) o pectina cítrica comercial. *Redalyc.org*.
- Vázquez Miranda, M. (2014). Producción de pectina. Recuperado de: <https://prezi.com/sc4w86vvi4k/produccion-de-pectina/>.
- Wang, S, Optimization of pectin extraction assisted by microwave from apple pomace using response surface methodology. *Journal of Food Engineering*, 78(2), 693-700 (2007)
- Wang, S., Chen, F., Wu, J., Wang, Z., Liao, X., & Hu, X. (2005). Optimization of pectin extraction assisted by microwave from apple pomace using response surface methodology. *Elsevier*, 698
- Wei, G., Zhongdong, L., & Kennedy, J. (2006). Image study of pectin extraction from orange skin assisted by microwave. *Elsevier*, 549.
- XIAN, C. (2013). Microwave and Enzymatic Extraction of Orange Peel Pectin. *College of Furniture and Art Design*, 5336.
- Xianzhe, Z., Fangping, Y., Chenghai, L., & Xiangwen, X. (2011). Effect of process parameters of microwave assisted extraction (MAE) on polysaccharides yield from Pumpkin. *Journal of Northeast Agricultural University*, 8(2),79–86.
- Yeoh, S. (2008). Comparisons between different techniques for water-based extraction of pectin from orange peels. *Science direct*, 230-235.
- Zegada Franco, V. Y. (2015). Extracción de pectina de residuos de cáscara de naranja por hidrólisis ácida asistida por microondas (HMO). Obtenido de [http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2518-4431201500010000](http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2518-4431201500010000)
- Zainudin, T.W. Wong, H. Hamdan, Design of low molecular weight pectin and its nanoparticles through combination treatment of pectin by microwave and inorganic salts *Polymer Degradation and Stability*, 147 (2018), pp. 38

