

HIDRÓLISIS ÁCIDA DEL BAGAZO DE ALOE VERA (SÁBILA) PARA LA OBTENCIÓN DE PECTINA

ACID HIDROLYSIS OF ALOE VERA (SABILA) BAGASSE FOR OBTAINING PECTIN

Caridad Curbelo Hernández^{1}, María Eugenia Moreno Quintero²,
Danibett Ramírez Hernández² y Lourdes M. Crespo Zafra³*

¹ Instituto Superior Politécnico “José A. Echeverría”, (CUJAE). Ave 114 #11901 e/Ciclovia y Rotonda, La Habana, Cuba.

² Universidad Nacional Experimental “Francisco de Miranda”, Av. Rafael González, sector Universitario, Punto Fijo, Falcón, Venezuela.

³ Departamento de Ingeniería Química, Universidad “Ignacio Agramonte” de Camagüey. Carretera Circunvalación Norte km 5 ½, Camagüey, Cuba.

Recibido: Julio 12, 2016; Revisado: Septiembre 5, 2016; Aceptado: Noviembre 14, 2016

RESUMEN

El procesamiento de la sábila (*Aloe vera*) ha alcanzado un gran desarrollo en los últimos años, ya que sus productos son materia prima para otras industrias. Esto ha contribuido al incremento de residuos sólidos, los cuales no son aprovechados para la obtención de productos de valor agregado en la propia industria. En esta investigación se estudió la hidrólisis ácida como método de extracción de pectina a partir del bagazo de sábila. Primeramente, se caracterizó el bagazo determinándose: humedad, cenizas, proteína, acidez, contenido total de pectina, densidad y pH. Fueron analizadas como variables de estudio o factores: el pH, la temperatura, el tiempo de extracción, el tamaño de partícula y la velocidad de agitación y como variable respuesta el rendimiento de pectina (%). Los mejores resultados se obtuvieron a 90°C, 1000 min⁻¹ y el mayor tamaño de partícula, que resultaron las variables con influencia significativa con un 95% de confianza. La pectina se caracterizó químicamente y por Espectroscopía IR. Se obtuvo que la misma es de gelificación rápida, soluble en agua y de alto metoxilo. En el espectro IR se observan los picos característicos de los grupos funcionales de la pectina.

Palabras clave: Aloe vera, hidrólisis ácida, pectina, bagazo

Copyright © 2017. Este es un artículo de acceso abierto, lo que permite su uso ilimitado, distribución y reproducción en cualquier medio, siempre que la obra original sea debidamente citada.

* Autor para la correspondencia: Caridad Curbelo, Email: cary@quimica.cujae.edu.cu

ABSTRACT

The processing of Aloe vera (sábila in sp.) has reached a great development during the last years, since its products are raw material for other industries. This has contributed to the increase of solid residues, which are not utilized to obtain added value products in the same industry. In this research, the acid hydrolysis method for pectin extraction from the *Aloe vera* bagasse was studied. Firstly, the bagasse was characterized determining: humidity, ashes, proteins, acidity, and total content of pectin, density and pH. pH, temperature, extraction time, particle size and speed of agitation were analyzed as variables of study or factors and pectin yield (%) as response variable. The best results were obtained at 90°C, 1000 min⁻¹ and the larger particle size that were the significant variables with 95 % of confidence. Pectin was characterized chemically and for infrared spectroscopy (FTIR). It was concluded that this pectin was of fast gellification variety, water-soluble and of high methoxyl content. The characteristic peaks of the functional groups of pectin were observed in infrared spectroscopy (FTIR) analysis.

Key words: Aloe vera, acid hydrolysis, pectin, bagasse.

1. INTRODUCCIÓN

Las pectinas son compuestos importantes de la pared celular de las plantas que actúan como material fortalecedor de la pared celulósica. Son polímeros con cadenas de 300 a 1000 unidades de ácido galacturónico, con un número variado de grupos de metil-éster. Se clasifican según su grado de esterificación como de alto o bajo metoxilo. Las primeras son aquellas en las que aparecen metilados más del 50% de los grupos carboxilos y forman geles con soluciones ricas en azúcares (60-70%) con un pH entre 2,8-3,5. Por el contrario, las de bajo metoxilo se encuentran con menos del 50% de los grupos carboxilos metilados y los geles se forman por entrecruzamiento de los iones calcio. No presentan una fuerte dependencia con los azúcares, pero sí con la temperatura en un intervalo de pH entre 3,1-3,5.

Se utilizan pectinas poco metoxiladas en la elaboración de frutas enlatadas para aumentar su firmeza y peso. Por su poder emulsificante la pectina forma buenas emulsiones con aceites comestibles para la fabricación de mayonesas, helados y aceites esenciales empleados en la producción de diversos sabores (Cerón-Salazar y Cardona-Alzate, 2011). Mundialmente, se extrae de frutas cítricas y de la manzana (García y Penagos, 2011).

La producción, industrialización y comercialización del *Aloe vera* se lleva a cabo en muchos países latinoamericanos y Venezuela no es la excepción, ya que el país posee regiones que tienen las condiciones ambientales, climáticas y el territorio propio para estas actividades, entre las que destaca el estado Falcón.

Debido a sus múltiples propiedades medicinales, la sábila (*Aloe vera*) se ha convertido en un material de gran importancia en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética (Londoño, 2010). La cantidad de residuos agroindustriales generados en el procesamiento de la hoja entera de Sábila (*Aloe vera*) y que se consideran desperdicios, pueden ser

racionalmente empleados para la extracción de materias primas que como la pectina pueda ser empleada en la producción de alimentos o productos farmacéuticos (Ferreira y col., 1995; Saval, 2012).

El objetivo de esta investigación está dirigido a la obtención y caracterización de la pectina del bagazo de *Aloe vera*, para de esta forma minimizar el impacto medioambiental generado en el procesamiento de la hoja.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

El trabajo experimental para definir la influencia de diferentes variables o factores sobre el rendimiento de pectina, se desarrolló en dos fases: en la primera se analizó el efecto de tres variables (pH, tiempo, temperatura de extracción) mediante un diseño de Box-Behnken (3^3) con tres factores experimentales y una variable respuesta. La segunda fase se realizó bajo las mejores condiciones establecidas de la fase anterior y se estudiaron como factores el tamaño de partícula y la velocidad de agitación, para lo cual se estableció un diseño (2^2) con réplicas en todos los puntos experimentales.

2.1 Preparación de la materia prima

El bagazo de *Aloe vera* usado como materia prima fue proporcionado por la empresa Naturaven S.A; ubicada en la zona franca de la ciudad de Punto Fijo, estado Falcón, Venezuela. Las muestras fueron tomadas frescas o con pocos días de haber sido procesadas (3 días), luego fueron lavadas con abundante agua y posteriormente cada muestra se calentó a 80°C durante 60 minutos, en una relación de 0,3 kg por cada litro de agua con el fin de realizar la inactivación enzimática. A continuación, se realizó otro lavado con agua destilada hasta obtener el agua incolora; finalmente, se secó en la estufa a 70°C por 3 días aproximadamente. Por último, se efectuó la disminución de tamaño en un molino planetario de cuchillas Stein Laboratory Mill Modelo M-1 y las dos fracciones de diferentes tamaños se obtuvieron con tamices de ensayo ASTM N° 60 (250 μm) y N° 30 (595 μm). Una vez seco y con el tamaño adecuado, el bagazo es almacenado en bolsas cerradas y guardado en un lugar seco y fresco hasta su utilización.

2.2 Métodos de caracterización fisicoquímica de la materia prima

Al bagazo pretratado y seco se le determinó:

- ✓ Contenido de humedad (Norma AOAC 14004)
- ✓ Cenizas (Norma COVENIN 1155-79)
- ✓ Acidez (Norma AOAC 939.05)
- ✓ Cuantificación de pectina (NMX-F-347-S-1980)
- ✓ Densidad (Norma COVENIN 367-1982)
- ✓ pH (Norma COVENIN 1315-79)

Las muestras del bagazo pretratado y seco (0,010 kg) se sometieron a la hidrólisis ácida con soluciones de ácido clorhídrico (HCl) concentrado, para garantizar los valores de pH de 0,5; 1 y 1,5 con diferentes tiempos (30, 60, 90 minutos) y temperaturas de extracción (60,

75 y 90°C). En cada experimento una vez transcurrido el tiempo fijado en el diseño, se dejó enfriar la mezcla bagazo-solución ácida para finalmente filtrarla.

Al líquido obtenido se le agregó etanol en proporción 1:1,5 para precipitar la pectina y se dejó reposar 12 horas. Después de filtrada la suspensión, se lavó la fracción sólida con etanol en proporción 1:1 y se secó en estufa a 40°C. Finalmente, se pesó y fue guardada en bolsas herméticas para los análisis posteriores. Se calculó el rendimiento en función de la masa de pectina extraída seca y la masa de muestra inicial de bagazo pretratado y seco. Los resultados fueron procesados estadísticamente mediante el programa STATGRAPHICS Centurion XV.

2.3 Caracterización de la pectina

- Acidez Libre: para su medición se empleó una dilución preparada con 0,5 gramos de pectina seca en 100 mL de agua destilada, la cual se coloca en baño María a 70°C hasta reducir un poco el volumen, luego se toman 20 mL para ser titulados con NaOH 0,1 mol/L utilizando fenolftaleína al 1% como indicador. El resultado en términos de carboxilos libres se obtiene mediante la ecuación (1), expresado en % con respecto a la masa de muestra utilizada (m).

$$Acidez = \left[\frac{c(NaOH) \cdot V_1 \cdot 10^{-3} \cdot 44}{m(g)} \right] * 100 \quad (1)$$

c(NaOH): mol/L

V₁: volumen de NaOH gastados en mL

44 es la masa molar del grupo carboxilo

- Determinación del grado de esterificación: se calcula basándose en el método de valoración de Schultz, Muñoz (2011).
- Contenido de metoxilos: se basa en las determinaciones de la valoración B del grado de esterificación (Ferreira, 1976), y se calcula por:

$$\%Me = \left[\frac{mmol \text{ de } NaOH * 31}{m(mg)} \right] * 100 \quad (2)$$

31 es la masa molar del grupo metóxi

- Contenido de ácido Anhidrouónico (AUA): se fundamenta en el método de valoración de Schultz, (1965), descrito en el “ítem” de determinación del grado de esterificación. De esta manera se establecen los carboxilos urónicos esterificados y los carboxilos totales de urónicos; el contenido de ácido anhidrouónico se calcula mediante la expresión descrita por Gamboa (2009).

$$\%AUA = \left[\frac{176 * \text{carboxilos totales urónicos}}{1000} \right] * 100 \quad (3)$$

176 es la masa molar del ácido anhidrourónico

- Espectroscopía Infrarroja (IR): Se utiliza el método de KBr con el equipo de IR NICOLET Magna IR 560, para identificar la presencia de grupos funcionales característicos de las pectinas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En las tablas 1 y 2 se presentan los parámetros evaluados en la caracterización del bagazo de sábila utilizado para la extracción de pectina y su comparación con otras materias primas usadas con el mismo fin, respectivamente. Se observa que el porcentaje de humedad es bajo comparado con el de manzana, cáscara de naranja y el de mesocarpio de granadilla, los cuales son superiores al 80 %, lo cual es lógico pues se parte del bagazo seco. Sin embargo, este parámetro es similar al de la cáscara de mango y cercano al de bagazo de melocotón. La acidez del bagazo de sábila (0,122 %) a pesar de ser bajo, es comparable al contenido de acidez de la cáscara de naranja que es muy utilizada en la extracción de pectina (Cerón-Salazar y Cardona-Alzate, 2011).

El contenido total de pectina para el bagazo de sábila presente como Pectato de calcio (14,98%) es superior al reportado para la pulpa de níspero, el mesocarpio de granadilla y cáscara de parchita, pero es inferior al reportado para la manzana y cercano al reportado para la cáscara de naranja (Cerón-Salazar y Cardona-Alzate, 2011); (Chasquibol y col., 2008); (Contreras y col., 2010); Rivadeneira y Cáceres (2010); Untiveros (2003)).

Tabla 1. Caracterización fisicoquímica del bagazo de sábila

<i>Parámetros</i>	
Humedad (%)	5,926 ± 0,8676
Cenizas (%)	4,918 ± 1,5645
Acidez (%)	0,122 ± 0,0004
pH	6,438 ± 0,0104
Densidad (kg/m ³)	700 ± 0,2100
Pectato de Calcio (%)	14,988 ± 1,13207

Al comparar los parámetros evaluados al bagazo de sábila con respecto a otras materias primas de las cuales se extrae pectina, se evidencia la potencialidad de este residuo para ser utilizado con el mismo objetivo.

Tabla 2. Comparación de los parámetros físico químicos evaluados

<i>Materias primas</i> <i>Parámetros</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>
Humedad (%)	5,93	8	84,34	68,04	87,74	-	5,20	85,9
Cenizas (%)	4,92	3	0,32	3,89	1,96	-	2,09	3,29
Acidez (%)	0,12	-	2,90	-	-	3,2	-	0,29
pH	6,43	-	-	-	-	2,9	-	3,93
Pectato de calcio (%)	14,98	-	25,13	8,40	8,00	4,90	-	17

Fuentes: 1- Bagazo de sábila; 2-Bagazo de melocotón (Pagán, 1995); 3- Manzana (Untiveros, 2003); 4- Pulpa de níspero; 5- Mesocarpio de granadilla (Chasquibol y col., 2008); 6- Cáscara de parchita (Rivadeneira y Cáceres, 2010); 7- Cáscara de mango (Contreras y col., 2010); 8- Cáscara de naranja (Cerón-Salazar y Cardona-Alzate, 2011).

- no reportado por los autores

Los resultados obtenidos en este estudio permiten establecer las mejores condiciones para realizar la extracción de pectina. El diagrama de Pareto (figura 1a) define que de las variables estudiadas en la primera fase, solo tiene influencia significativa con un 95% de confianza, la temperatura con efecto positivo, indicando que en la medida que la temperatura se incrementa, el rendimiento de pectina es mayor.

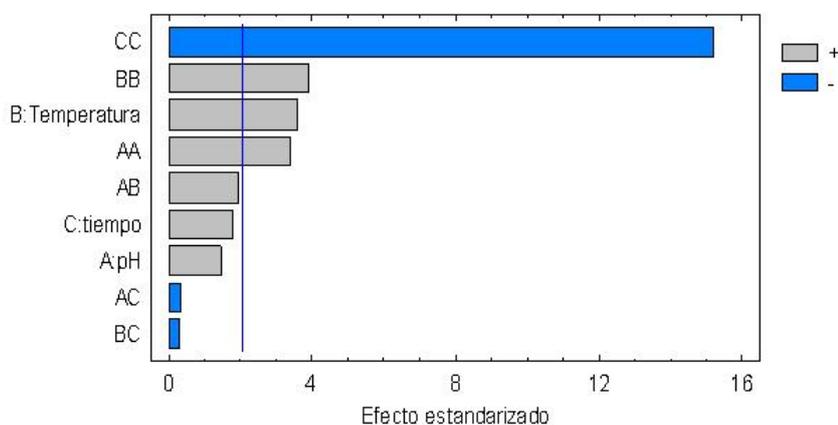


Figura 1a. Diagrama de Pareto para la hidrólisis ácida (pH, tiempo y temperatura)

En la figura 1b se observa que ambos factores estudiados tienen influencia significativa con un 95% de confianza con efecto positivo, así como su interacción; indicando que en la medida que la velocidad de agitación y el tamaño de partícula aumentan, el rendimiento de pectina es mayor.

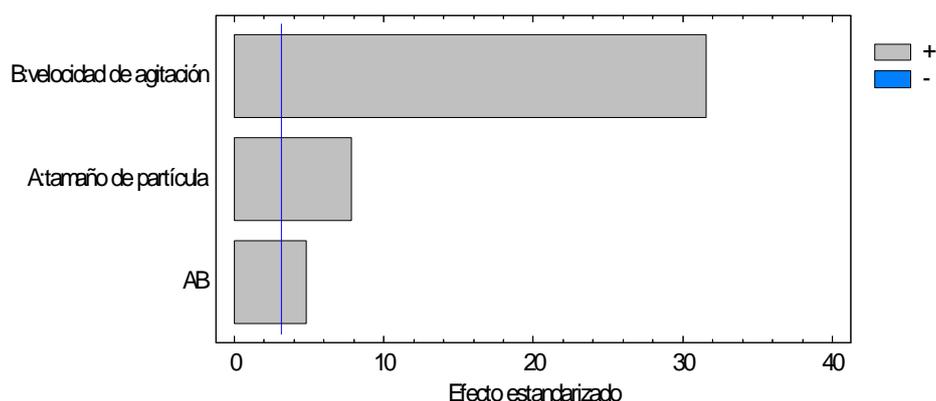


Figura 1b. Diagrama de Pareto para la hidrólisis ácida (tamaño de partícula y velocidad de agitación)

A partir de los resultados obtenidos el mayor rendimiento de pectina (11,45%) se obtiene para un valor de pH de 1,5, una temperatura de 90°C, con un tiempo de contacto de 60 minutos, para el mayor tamaño de partícula (0,595 mm) y una velocidad de agitación de 1000 min⁻¹, quedando de esta forma definidos los parámetros para la extracción de pectina por hidrólisis ácida del bagazo de sábila.

A continuación en la Tabla 3 se reportan las características fisicoquímicas de la pectina extraída del bagazo de sábila con las mismas materias primas referidas en la tabla 2.

Tabla 3. Comparación de la pectina extraída del bagazo de sábila con otras reportadas.

Parámetros (%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Rendimiento de pectina	11,45	5,40	25	23,85	21,60	11,11	1,24	49,7	-
Grado de esterificación	61,53	-	-	86,24	88,79	69,75	90,2	72,43	81,5
Contenido de metoxilo	14,88	74	11,59	14,55	14,40	8,62	4,82	1,80	Mín. 6,70
Contenido de ácido anhidrourónico	68,64	55	76,30	87,93	85,99	70,43	48,46	37,11	Mín. 65

⁹pectina comercial - no reportado por los autores

La pectina extraída posee un grado de esterificación relativamente alto, por lo que es soluble en agua y es de rápida gelificación. En cuanto al contenido de metoxilo, la pectina obtenida es soluble con iones calcio y poco soluble en presencia de azúcar y ácidos. El porcentaje de ácido anhidrourónico es un indicador de la pureza; es decir, que la pectina extraída del bagazo de sábila aún requiere de una purificación para cumplir con el parámetro de la pectina comercial.

En la figura 2 se muestra el espectro IR de la pectina extraída del bagazo de sábila. Se presentan las bandas de particular importancia para la determinación del grado de esterificación, las cuales aparecen alrededor de 1581cm⁻¹ y 1712cm⁻¹ y son indicadoras de

grupos carboxilos libres y esterificados provenientes de la pectina. También se presenta una banda ancha a 3100cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del OH^- , lo cual indica que existen muchos grupos OH^- en la estructura de la pectina. La banda de 2930 cm^{-1} corresponde a la tensión del C-H de los grupos CH_2 .

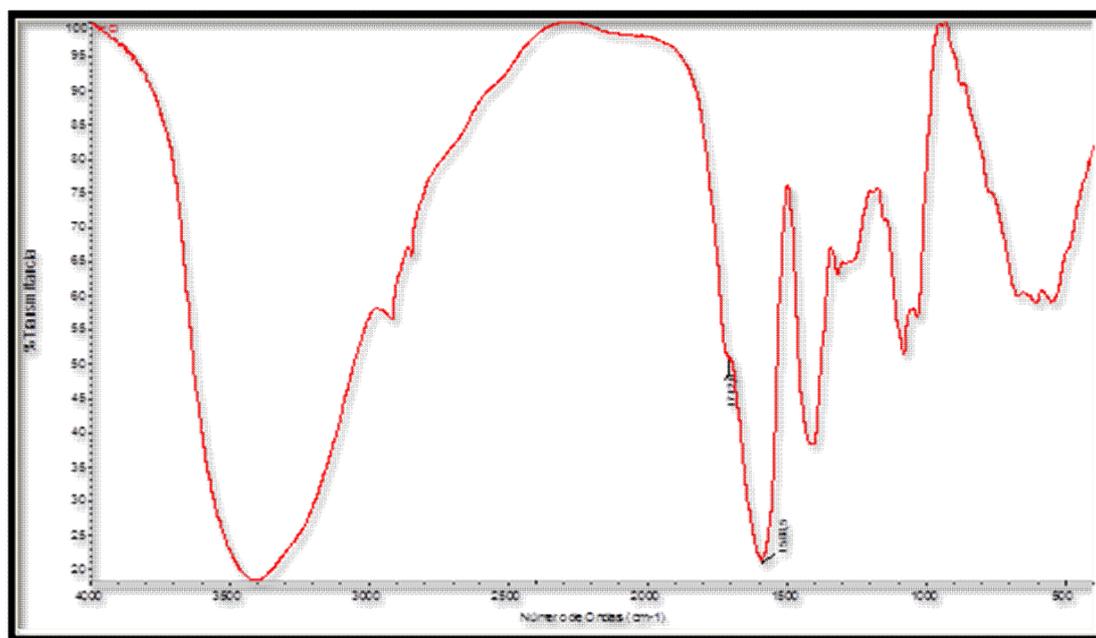


Figura 2. Espectro IR de la pectina

4. CONCLUSIONES

El bagazo de sábila (*Aloe vera*) presenta potencialidades para la extracción de pectina, con un contenido de 14,98%. El máximo rendimiento de pectina (11,45%) por hidrólisis ácida en el intervalo estudiado, se obtiene para un pH de 1,5, 90°C , 60 minutos, velocidad de agitación de 1000 min^{-1} y el mayor tamaño de partícula (0,595 mm). La pectina extraída es de gelificación rápida, soluble en agua y de alto metoxilo. En el espectro IR de la pectina obtenida a partir de bagazo de sábila aparecen las bandas de los grupos funcionales que la caracterizan.

REFERENCIAS

- AOAC., Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Washington DC. USA, 2000.
- Cerón-Salazar, I., y Cardona-Alzate, C., Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de la cáscara de naranja., Revista Ingeniería y Ciencia, Vol. 7, No.13, 2011, pp. 65-86.
- Chasquibol, N., Arroyo, E. y Morales, J., Extracción y caracterización de pectinas obtenidas a partir de frutos de la biodiversidad peruana., Redalyc, Ingeniería Industrial, No. 26, 2008, pp. 175-199.

- Contreras, J., Banda, L. y Montañez, J., Extracción enzimática de la Pectina de mango., Departamento de Investigación en Alimentos, Universidad Autónoma de Coahuila, México, 2010, pp. 1-5.
- COVENIN., Comisión Venezolana de Normas Industriales. Alimentos. Venezuela, 2014.
- Ferreira, S., Peralta, A. y Rodríguez, G., Obtención y caracterización de pectina a partir de desechos industriales del mango (cáscara)., Revista Colombiana de Ciencias Químico-Farmacéuticas, No. 24, 1995, pp. 29-34.
- Ferreira, S., Aislamiento y caracterización de las pectinas de algunas variedades de frutos cítricos colombianos., Revista colombiana de Ciencias Químico-Farmacéuticas, No. 3, 1976, pp.5-25.
- Gamboa, M., Aprovechamiento de los residuos obtenidos del proceso de despulpado del mango (*mangifera indica l.*) de las variedades Smith, Tommy Atkins, Haden y bocado como materias primas para la obtención de pectinas., Tesis en opción al título de Máster, en Ciencias de los Alimentos, Universidad de Oriente, Núcleo Anzoátegui, Puerto La Cruz, Venezuela, 2009.
- Londoño, L., Análisis específico de fuentes contaminantes microbiológicas en productos naturales de Aloe vera fabricados en la empresa Agro Bamboo de Colombia Limitada., Trabajo en opción al título de Ingeniero Químico, Universidad Tecnológica de Pereira, Escuela de Química en Colombia, 2010.
- Muñoz, F., Extracción y caracterización de la pectina a partir del fruto de dos ecotipos de Cocona (*Solanum sessiliflorum*) a diferentes grados de madurez a nivel de planta piloto. Tesis en opción al título de Máster en Ingeniería Agrícola, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería en Colombia, 2011.
- NMX-F-347-S- 1980. Frutas y derivados. Determinación de pectina., Norma mexicana, 1980, pp. 181-182.
- Pagán, J., Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de melocotón., Tesis en opción al título de Doctor en Ciencias Químicas, Universitat de Lleida en España, 1995.
- Rivadeneira, M. y Cáceres, P., Extracción de pectina líquida a partir de cáscaras de maracuyá (*Passiflora edulis*) y su aplicación en el desarrollo de un producto de humedad intermedia., Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, Ecuador, 1995.
- Saval, S., Aprovechamiento de residuos agroindustriales: pasado, presente y futuro., Revista Biotecnología, Vol.16, No. 2, 2012, pp. 14-46.
- Untiveros, G., Obtención y caracterización de pectinas de alto y bajo metoxilo de la manzana variedad pachacamac., Revista de la sociedad química Perú, Vol. 69, No. 3, 2003, pp. 155-162.