

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

COMPARACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE LA PARCHITA AMARILLA (PASSIFLORA EDULIS F. FLAVICARPA).

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por los Br(s). Alvarez U., Albany M.
Burgos S., Floribel M.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico.

Caracas, 2012

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

COMPARACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE LA PARCHITA AMARILLA (PASSIFLORA EDULIS F. FLAVICARPA).

TUTOR ACADÉMICO: Prof. Francisco Yáñez.

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por los Br(s). Alvarez U., Albany M.
Burgos S., Floribel M.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico.

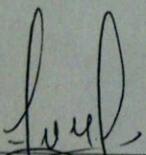
Caracas, 2011

Caracas, Octubre 2012

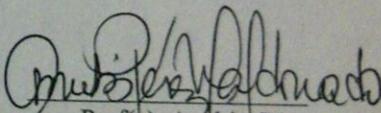
Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachilleres Albany M. Alvarez U. y Floribel M. Burgos S., titulado:

“COMPARACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE LA PARCHITA AMARILLA (PASSIFLORA EDULIS F. FLAVICARPA)”

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por los autores, lo declaran APROBADO.


Prof(a). Alejandra Meza
Jurado




Prof(a). Anubis Pérez
Jurado

Prof. Francisco Yáñez
Tutor Académico

AGRADECIMIENTOS

Albany Alvarez.

A la Ilustre Universidad Central de Venezuela gracias por darme la oportunidad de instruirme como ingeniero.

Gracias a mi tutor académico Francisco Yáñez, por ayudarme en el desarrollo de este Trabajo Especial de Grado.

Quiero agradecer a mis padres Ana y Alvaro, por guiarme paso a paso hasta llegar a donde estoy, apoyarme y ofrecerme su ayuda cada día. A mi familia, a todos los que han estado pendientes de mis estudios apoyándome y dándome ánimos para no decaer en los malos momentos.

A mis hermanos Marjorie, Alvaro, mis amigos y casi colegas, que entienden lo que es estudiar ingeniería en la UCV, y me han apoyado incondicionalmente, gracias. A mi ángel, y hermana Mariana, mi ejemplo a seguir de perseverancia. Mi logro es el de ustedes tres.

Gracias a cada uno de los profesores que han compartido sus conocimientos, y apoyado dándome consejos a lo largo de la carrera. Gracias a aquellos que buscaban subirme el ánimo, tenían paciencia, y han estado pendientes de cada paso recorrido. En especial gracias a los profesores Humberto Kum, Luis García, María Rodríguez.

A todos mis compañeros y amigos, que han estado a mi lado. Los logros no son logros si no son compartidos. Mi logro es para todos aquellos que han entrado en mi vida haciendo el bien. Gracias Dios por darme la oportunidad de dar otro paso en mi vida.

Floribel Burgos.

A la Ilustre Universidad Central de Venezuela, por recibirme y desarrollarme en mi formación profesional.

A mi tutor académico, Francisco (Yeyo) por hacer posible la realización de este Trabajo Especial de Grado y el apoyo brindado para el cumplimiento del mismo.

A Dios, por haberme dado salud para lograr mis objetivos.

A mis padres, Florentino y Belkys, por el apoyo y todos aquellos consejos de perseverancia y constancia que son necesarios para seguir adelante ante todo. Por los valores infundados a lo largo de mi vida, además de todo su amor y entrega total hacia mí. Los amo.

A mis profesores, que fueron los responsables de enseñarme cada uno de los pilares fundamentales para formarme como Ingeniero. Mil gracias a todos los profesores de la mi Escuela Química, y en especial al profesor Humberto Kum, por ser el profesor amigo, que me apoyó de manera incondicional y me brindó cariño y aprecio, muchas gracias, porque la “La gratitud es el reflejo del corazón”.

A mis amigos y compañeros de estudio. Saúl, Adriana, Fabiola, Usbel, Elio y Albany, Carlos S, Carlos G, Giovanni, Jailin, Jonathan y otros, que nos apoyamos mutuamente en nuestra formación profesional.

A Raúl, por regalarme su corazón y brindarme su amor. Por su apoyo en nuestros años de estudios en la facultad que serán momentos inolvidables, muchas gracias.

Quiero agradecer a todas aquellas personas que de algunas y otra forma estuvieron presentes a largo de mis años de estudios, y que confiaron, admiraron y admiran mi esfuerzo.

Alvarez U., Albany M.
Burgos S., Floribel M.

COMPARACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE LA PARCHITA AMARILLA (*PASSIFLORA EDULIS F. FLAVICARPA*)

Tutor Académico: Prof. Francisco Yáñez.

**Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.
2012, 66 p.**

Palabras Claves: Parchita (*Passiflora Edulis F. Flavicarpa*), Pectinas, Extracción convencional, Extracción no convencional, Extracción industrial, Rendimiento.

Resumen. En el presente trabajo se estudió la extracción de pectina contenida en la cáscara de la parchita amarilla (*Passiflora Edulis F. Flavicarpa*), empleando técnicas de extracción convencional, extracción no convencional y la utilizada a nivel industrial; con el fin de evaluar las condiciones factibles de extracción, para que generen la mayor cantidad de pectina, basado en el porcentaje de rendimiento obtenido, y a su vez realizar un análisis comparativo entre las técnicas utilizadas.

En la extracción convencional, se utilizaron las técnicas tipo Soxhlet e hidrodestilación. En la primera, se trabajó con tiempos de operación de 3, 6, 12 y 24 horas, a la temperatura de ebullición del solvente (etanol); donde se obtuvo que en un tiempo de 3 horas se puede obtener el mejor rendimiento, cuyo valor fue de 44% p/p. En hidrodestilación se trabajó con un tiempo de 24 horas; obteniéndose un rendimiento de 32% p/p. Para la extracción no convencional, se empleó la técnica de extracción asistida por microondas, empleando el equipo Clevenger modificado, donde se trabajó con tiempos de 11, 22, 33 y 44 segundos, a una potencia de 100 % (1000 vatios), obteniendo un rendimiento máximo del extracto de 16 % p/p a un tiempo de 44 segundos. Con este resultado, se fijó dicho tiempo como tiempo de operación y se realizó un barrido de potencia entre 0-100 % con rangos de 20% de diferencia, donde se obtuvo un rendimiento máximo de 16 % p/p empleando 100 % de potencia. En la extracción tipo industrial, la técnica utilizada fue la hidrólisis ácida, en la cual se trabajó a una temperatura de 90 °C por un lapso de 90 minutos, y una relación agua-ácido sulfúrico de 4:1, donde se obtuvo un rendimiento de 29 % p/p. En el análisis químico llevado a cabo mediante espectroscopia de infrarrojo, se identificaron los grupos funcionales de interés, demostrando la presencia de pectina en el extracto que arrojó mayor rendimiento. Finalmente se concluyó que la técnica de extracción que arroja un mayor rendimiento, es la extracción tipo Soxhlet, en la cual se alcanzó un valor de 44 % p/p para 3 horas.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE TABLAS.....	xii
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I. FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN	2
I.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	2
I.2 ANTECEDENTES.....	4
I.3 OBJETIVOS	7
I.3.1 Objetivo General.....	7
I.3.2 Objetivos Específicos	7
CAPÍTULO II.MARCO REFERENCIAL	8
II.1.PARCHITA AMARILLA.....	8
II.1.1.Composición Química.....	9
II.1.2.Usos de la Parchita.....	10
II.2.PECTINA.....	11
II.3.EXTRACCIÓN.....	13
II.3.1.Técnicas de Extracción.....	14
II.3.1.1.Extracción tipo soxhlet.....	14
II.3.1.2. Extracción asistida por microondas(EAM).....	16
II.3.1.3.Hidrólisis ácida.....	18
II.3.1.4.Hidrodestilación.....	18

II.4.TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	19
II.4.1.Espectro de Infrarrojo.....	19
CAPITULO III. MARCO METODOLÓGICO.....	21
III.1.METODOLOGÍA GENERAL.....	21
III.1.1.Preparación de la materia vegetal.....	22
III.1.2.Extracción de la pectina.....	22
III.1.2.1.Extracción tipo soxhlet.....	22
III.1.2.2.Extracción asistida por microondas	23
III.1.2.3.Extracción por hidrólisis ácida.....	24
III.1.2.4.Extracción por hidrodestilación	25
III.2.CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	26
CAPITULO IV.ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	28
IV.1.SELECCIÓN DE LA PARCHITA AMARILLA.....	28
IV.2.ANÁLISIS DE RENDIMIENTO.....	29
IV.2.1.Extracción tipo soxhlet.....	29
IV.2.2.Extracción asistida por microondas.....	30
IV.2.3.Extracción por hidrólisis ácida	33
IV.2.4.Extracción por hidrodestilación	34
IV.2.5.Comparación de las técnicas de extracción.....	34
IV.3.ANÁLISIS QUÍMICO DE LAS MUESTRAS OBTENIDAS.....	36
IV.4. ANÁLISIS CUALITATIVO ALTERNO.....	39
IV.5.COMPARACIÓN DE RESULTADOS DE TESIS ESPECIAL DE GRADO-TESIS DE MAESTRÍA.....	40
CAPITULO V. CONCLUSIONES.....	42

CAPITULO	VI.
RECOMENDACIONES.....	44
BIBLIOGRAFÍA.....	45
APÉNDICES.....	49
1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LA EXTRACCIÓN DE PECTINA DE LA CÁSCARA DE PARCHITA.....	49
2. MATERIALES.....	57
3. CÁLCULOS TIPO.....	59
4. TABLAS DE DATOS OBTENIDOS.....	60
ANEXOS	63

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura N° 1. Parchita amarilla.....	9
Figura N° 2. Cadena del ácido galacturónico.....	12
Figura N° 3. Proceso de extracción sólido-líquido.....	14
Figura N° 4. Extractor tipo Soxhlet.....	15
Figura N° 5. Espectro electromagnético.....	16
Figura N° 6. Procedimiento experimental general.....	21
Figura N° 7. Técnicas de extracción sólido-líquido.....	22
Figura N° 8. Equipo de espectroscopía de infrarrojo de doble haz.....	26
Figura N° 9. Rendimiento para la variación de tiempo en el equipo tipo Soxhlet....	29
Figura N° 10. Rendimiento para la variación de tiempo en el equipo de microondas.....	31
Figura N° 11. Rendimiento para la variación de potencia en el equipo de microondas.....	32
Figura N°12. Estudio comparativo de rendimiento para cada técnica de extracción.....	36
Figura N° 13. Espectro infrarrojo del extracto que arrojó mayor rendimiento, obtenido en la extracción tipo Soxhlet.....	38
Figura N° 14. Espectro infrarrojo del extracto que arrojó mayor rendimiento, obtenido en la extracción asistida por microondas.....	39
Figura N° 15. Diagrama del equipo de destilación con arrastre de vapor tipo Soxhlet.....	49
Figura N° 16. Diagrama del equipo de Hidrodestilación.....	52

Figura N° 17. Equipo microondas, marca Midea.....	54
Figura N° 18. Etapas de preparación de la materia vegetal para la extracción.....	63
Figura N° 19. Cáscara de parchita previa al proceso de extracción.....	63
Figura N° 20. Montaje de la técnica de extracción tipo Soxhlet.....	64
Figura N° 21. Montaje de la técnica de extracción por hidrodestilación.....	65
Figura N° 22. Resumen de las frecuencias de tensión en el infrarrojo.....	66

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla N° 1. Principales componentes de la parchita.....	10
Tabla N° 2. Características de la materia vegetal.....	28
Tabla N° 3. Rendimientos obtenidos para diversas potencias empleando EAM.....	32
Tabla N° 4. Costo asociado para diferentes potencias en la EAM.....	33
Tabla N° 5. Estudio comparativo de los valores del mejor rendimiento para cada técnica de extracción.....	34
Tabla N° 6. Regiones de los espectros de infrarrojo de los compuestos de interés...	37
Tabla N° 7. Resultados del análisis cualitativo alterno	40
Tabla N° 8. Cuadro comparativo de resultados trabajo especial de grado- trabajo de maestría.....	41
Tabla N° 9. Resultados de las pruebas, al emplear la técnica de extracción tipo soxhlet.....	60
Tabla N° 10. Resultados de las pruebas, al emplear la técnica de extracción asistida por microondas a diferentes tiempos de extracción.....	61
Tabla N° 11. Resultados de las pruebas, al emplear la técnica de extracción asistida por microondas a diferentes potencia.....	62

INTRODUCCIÓN

La *Passiflora Edulis* F. *Flavicarpa* (parchita amarilla), es una planta enredadera, que ha sido introducida y cultivada con gran interés comercial en la mayoría de las regiones tropicales y subtropicales del planeta. Es altamente apreciada por su fruto, debido a los beneficios que proporciona, y gracias a su contenido de pectina es empleado en la industria alimenticia, industria farmacéutica y recientemente como inhibidor de hidratos de carbono en la industria del gas.

Para la extracción de pectina de la cáscara de la parchita amarilla, se emplean diversas técnicas, entre ellas se tienen: las convencionales, como la extracción por arrastre con vapor e hidrodestilación; las no convencionales, como la extracción asistida por microondas; y la aplicada ampliamente a nivel industrial como es la extracción por hidrólisis ácida. En éste Trabajo Especial de Grado, se determinaron las condiciones de operación, que permitieron obtener rendimientos satisfactorios con tiempos de extracción mínimos, empleando las técnicas de extracción asistida por microondas y extracción por Soxhlet, continuando así el trabajo de investigación realizado por Domínguez (2011). Las variables evaluadas fueron, la potencia del equipo microondas comercial para la extracción asistida por microondas, utilizando en este caso el equipo Clevenger modificado y el tiempo de extracción en ambas técnicas, empleando etanol como solvente, con el fin de generar las condiciones favorables de procesamiento, basándose en el rendimiento obtenido. Adicionalmente se aplicaron las técnicas de extracción hidrólisis ácida e hidrodestilación, sin modificar sus condiciones estándar, sólo con fines comparativos para seleccionar entre las cuatro técnicas la más eficiente para la extracción de pectina.

A través de la técnica de espectroscopia de infrarrojo se conocieron los grupos funcionales de los compuestos contenidos en la muestra que arrojó mayor rendimiento, y posteriormente se realizó un análisis cualitativo alterno con el fin de verificar la presencia de pectina en la misma.

CAPITULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

I.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La pectina en general, es un polisacárido, que se compone principalmente de ácidos poligalacturónicos coloides, y se encuentra contenida en la pared celular de la mayoría de los vegetales y frutas (Vaclavik, 2002).

La pectina tiene la propiedad de formar geles en un medio ácido, que conjuntamente con azúcares polihidrolizados, son utilizados en la industria alimenticia como agente gelificante y espesante, y en la industria farmacéutica, en ciertas preparaciones creadas para el tratamiento de diarreas en infantes, así como un agente antihemorrágico y como un sustituto en el plasma sanguíneo; y también, como inhibidor en la formación de hidratos de carbono en los procesos de explotación de gas natural (Abzueta ,2012).

La extracción de éstas sustancias péctidicas, conocidas en la industria de los alimentos, requieren el empleo de técnicas muy especializadas, laboriosas y con un costo asociado.

Entre las diferentes técnicas empleadas para la obtención de este compuesto están, la extracción convencional, extracción no convencional y la hidrólisis ácida, siendo ésta última la más utilizada a escala industrial. A lo largo del tiempo se han modificado diferentes variables en el proceso de extracción, con la finalidad de obtener un proceso de extracción exitoso, entre las variables modificadas se encuentran el estado de humedad y el tamaño de la matriz vegetal, el solvente empleado y el tiempo de extracción.

Dentro de los trabajos de investigación realizados en el área de bioquímica, se destaca la extracción de la pectina mayormente en los frutos cítricos (D'Addosio, 2005).

En el trabajo de maestría de Domínguez (2011), se demostró que es posible obtener pectina de la parchita amarilla, mediante el empleo de las técnicas de extracción tipo Soxhlet, extracción asistida por microondas e hidrodestilación a escala de laboratorio, es por esto, que el presente trabajo especial de grado se concentra en la continuación del estudio de la extracción de este compuesto, evaluando a fondo la influencia de la modificación de ciertas variables para así mejorar las condiciones de operación en las técnicas de extracción tipo Soxhlet y asistida por microondas, utilizando la cáscara de parchita como fruto de interés, y a su vez realizar un análisis comparativo entre todas las técnicas, añadiendo en éste estudio la técnica de hidrodestilación.

Una de las mayores dificultades que se presenta en las diferentes técnicas de extracción de la pectina, son los tiempos de exposición a los cuales se lleva a cabo el proceso. Se conoce que la pectina utilizada en la industria de alimentos y farmacéutica venezolana es importada (Camejo, 1996), lo que incentiva a buscar mejoras en las técnicas de extracción para obtener un proceso eficiente y de alto valor agregado, tanto económico como operacional, por lo que se propone disminuir los tiempos de extracción en la extracción convencional por Soxhlet, operando con tiempos menores a 24 horas, el cual fue el tiempo empleado en el trabajo de maestría. Para la técnica de extracción asistida por microondas se implementa el equipo Clevenger modificado, a diferencia de un beaker, y a su vez se varían los tiempos de extracción y la potencia en el microondas comercial, bajo la premisa de lograr alcanzar rendimientos considerables en la extracción, y compararlos con la extracción por hidrólisis ácida e hidrodestilación, para así determinar el proceso más eficiente para la extracción de la pectina, que pueda emplearse a escala industrial. Los extractos fueron analizados bajo el método de espectroscopia de infrarrojo, para verificar la presencia de los compuestos pectínicos en las muestras.

I.2 ANTECEDENTES

En el campo de la bioquímica, se han realizado diversas investigaciones respecto a las técnicas empleadas para la extracción de la pectina, contenida principalmente en las frutas y vegetales, bajo esta premisa se pueden mencionar algunos trabajos orientados a la extracción de este compuesto, en los cuales se evalúan diferentes variables en el proceso.

Una de estas variables es el estado de la matriz vegetal, estudiada por D'Addosio, R. y Otros (2005) en la cual se analizó la influencia del estado de coloración y el agente de extracción, empleando hidrólisis ácida. El agua acidulada de cada procedimiento de extracción, se preparó con ácido clorhídrico (HCl), ácido fosfórico (H_3PO_4) y hexametáfosfato de sodio ($H_3PO_4-(NaPO_3)_6$) hasta ajustar cada uno a pH 3, calentando la solución durante 90 minutos a una temperatura entre 90 y 95°C, posteriormente se filtró y se analizaron las muestras, mediante la técnica de espectrometría de infrarrojo y de tipo estadístico. Demostraron que la corteza de la parchita en estado de madurez amarillo presenta mayor contenido de pectina y se logró un rendimiento máximo del 18,45% al utilizar hexametáfosfato de sodio como agente extractor y al emplear la corteza seca de la parchita.

Entre otros estudios, relacionados al estado de la materia prima, se encuentra la pasantía de investigación, realizada por Yáñez, A. (2011). En la cual se realizaron extracciones tipo Soxhlet empleando tiempos de 24 horas, a condiciones de humedad natural, y en ausencia de esta en la cáscara de la parchita, además de definir el tamaño adecuado para lograr rendimientos de extracción de mayor contenido de concentrados en la cáscara; donde se concluyó que las mejores condiciones, para la mayor obtención de extracto de la cáscara de parchita, será de trozos de 0,4 cm de lado y en estado de humedad natural, con un rendimiento de 67%, mientras que en el estado seco se obtuvo un 43,60% empleando como único solvente el agua.

En el trabajo de investigación realizado por Sánchez y Otros, (2011). Se encontró que dentro de los métodos de extracción empleados, tales como: extracción

asistida por microondas, convencional, enzimática y físico-químicos, resulta más eficiente el método asistido por microondas, en cuanto a rendimiento, calidad de la pectina y tiempos de extracción. Por lo que se propone el empleo de esta técnica para la obtención de pectinas a partir de frutos cítricos y su aplicación para la fabricación de películas de empaque y recubrimientos comestibles.

Sin embargo en las conclusiones arrojadas en el Trabajo de Maestría de Domínguez, C. (2011), se expone que de las técnicas de extracción aplicadas (hidrólisis ácida, Soxhlet, extracción asistida por microondas,) se obtuvo un mayor rendimiento en aquellas que disponían de mayor tiempo de contacto, como la de tipo convencional Soxhlet, en la cual el tiempo de extracción empleado fue de 24 horas, logrando alcanzar un rendimiento máximo de 60,97 %p/p empleando etanol, el cual fue determinado como el mejor solvente luego de un estudio comparativo entre el agua, etanol, hexano, ciclohexano, tolueno, xileno y octanol basado en el rendimiento en peso. Seguidamente el rendimiento más cercano a la extracción tipo Soxhlet se obtuvo al utilizar la técnica de hidrólisis ácida, consiguiéndose un valor de 26,78 %p/p, mientras que por microondas un 5,67 %p/p a una potencia de 100%. De igual forma se demostró que para todas las técnicas de extracción estudiadas, es conveniente el uso de la matriz vegetal húmeda. Como continuación de éste trabajo, se va a realizar un estudio que busca mejorar los rendimientos, en el método asistido con microondas, aplicando el equipo Clevenger modificado y variando el tiempo de extracción para las muestras y la potencia en el equipo; mientras que en la extracción tipo Soxhlet se busca mejorar los tiempos de extracción que logren alcanzar rendimientos considerables.

I.3 OBJETIVOS

A continuación se presentan los objetivos a alcanzar en este Trabajo Especial de Grado.

I.3.1 Objetivo General

Comparar el rendimiento y el tiempo de extracción obtenidos en los procesos de obtención de pectina a partir de la cáscara de parchita.

I.3.2 Objetivos Específicos

- Determinar el mejor tiempo de extracción, en la extracción tipo Soxhlet, basándose en el rendimiento del extracto.
- Determinar el tiempo de extracción límite, en la extracción asistida por microondas (EAM) empleando el equipo Clevenger modificado y operando a una máxima potencia, basándose en el rendimiento del extracto.
- Determinar el mejor tiempo de extracción, en la extracción asistida por microondas (EAM) empleando el equipo Clevenger modificado, variando intervalos de tiempo, basándose en el rendimiento del extracto.
- Determinar la potencia de operación conveniente, en la extracción asistida por microondas (EAM) empleando el equipo Clevenger modificado, variando potencia y manteniendo constante el tiempo obtenido en el objetivo anterior, basándose en el rendimiento del extracto.
- Determinar el rendimiento del extracto, empleando la técnica de extracción por hidrólisis ácida.
- Determinar el rendimiento del extracto, empleando la técnica de hidrodestilación.
- Comparar las diferentes técnicas de extracción, con el fin de determinar la técnica que permita obtener un mayor rendimiento del extracto.
- Realizar el análisis químico al extracto de la técnica que arroje mayor rendimiento, mediante el método de espectroscopia de infrarrojo.

CAPITULO II

MARCO REFERENCIAL

A continuación se describen los aspectos más resaltantes de la parchita y pectina: conceptos básicos, propiedades, diversos usos y beneficios. También, se desarrollan los conceptos relacionados a las técnicas de extracción, y por último la técnica analítica de caracterización del material obtenido.

II.1 PARCHITA AMARILLA (*Passiflora Edulis* F. *Flavicarpa*).

Es una fruta tropical conocida también, con el nombre común de maracuyá o fruta de la pasión, perteneciente a la familia de las Pasifloráceas y nace de la pasionaria, planta trepadora, la cual es propia de zonas tropicales y subtropicales, se cultiva en Centroamérica, Suramérica (Brasil es el mayor productor en el mundo), y en algunas islas del Caribe. También crece en Australia y en el sur de África. En Europa es considerada una fruta exótica.

La parchita amarilla, tiene forma ovalada o redonda de entre 4 y 10 cm de diámetro y no supera los 80 g de peso por fruta, la pulpa contiene numerosas semillas pequeñas generalmente de color negro, suspendidas en un líquido gelatinoso de color amarillo-naranja y constituye del 7 al 12% del peso del fruto, está recubierta por una cáscara gruesa de color amarillo intenso, cerosa e incomedible. La composición de la cáscara tiene entre un 17 y un 20% de materia seca, alta en carbohidratos y fibra, y es una buena fuente de proteína, y minerales.

En la Figura N° 1 se muestra la foto de la fruta, con corte transversal para visualizar su interior.



Figura N° 1. Parchita amarilla.

II.1.1 Composición química

La parchita o maracuyá está compuesta entre 50-60% de cáscara, de 30-40% de jugo y entre 10-15% de semillas. En general, la parchita es rica en minerales, como el calcio, el hierro y el fósforo, compuesta principalmente por agua y vitaminas A, B y C y carbohidratos, además de alto contenido en niacina, que resulta muy adecuada para el tratamiento del colesterol y el perfecto estado de los nervios. Entre los carbohidratos presentes en este fruto, es de gran interés la pectina, la cual se deposita principalmente en la pared primaria y en la lámina media de la cáscara.

A continuación en la tabla N° 1 se presentan los principales componentes de la parchita.

Tabla N° 1. Principales componentes de la parchita. (Osorio, 2012).

Jugo de maracuyá	Cantidad Contenida en 100cc	Fruta (c/100g de pulpa)	Cáscara (c/100g)	Semillas
Agua		90 g	88,31g	20,50 g
Calorías	53 calorías	78 calorías	0,00 g	0,00 g
Proteínas	0,67 g	2,20 g	4,38g	1,00. 10 ⁻² g
Grasa	0,05 g	0,60 g	0,00 g	2,50. 10 ⁻² g
Carbohidratos	13,73 g	2,40 g	0,41 g	0,44 g
Fibra	0,17 g	0,40 g	25,66 g	0,00 g
Ceniza	0,49 g	Trazas	6,00 g	1,70. 10 ⁻³ g
Calcio	3,80. 10 ⁻³ g	1,30. 10 ⁻² g	0,00 g	0,00 g
Fósforo	2,46. 10 ⁻² g	6,40. 10 ⁻² g	0,00 g	0,00 g
Hierro	4,00. 10 ⁻⁴ g	1,60. 10 ⁻³ g	0,00 g	0,00 g
Vitamina A	2,41 g	2,41 g	0,00 g	0,00 g
Niacina	2,20. 10 ⁻³ g	2,20. 10 ⁻³ g	4,58. 10 ⁻²	0,00 g
Ácido ascórbico	2,00.10 ⁻² g	0,00 g	0,00 g	0,00 g

II.1.2 Usos de la parchita

Por su exquisito sabor dulce y aromático, esta fruta se emplea para la preparación de jugos, refrescos, mermeladas, néctares, jarabes, jaleas, cócteles y helados, entre otros.

La pulpa, el zumo, las flores y la infusión de las hojas de la parchita poseen efectos relajantes, mucho más pronunciado en el caso de la infusión, que puede utilizarse como sedante ligero o calmante para dolores musculares, menstruales o cefaleas. También es recomendado en caso de espasmos bronquiales o intestinales de

origen nervioso. Posee también un ligero efecto vasodilatador, reduciendo la tensión arterial, lo cual aligera el trabajo al corazón.

La parchita contiene polifenoles, los cuales le otorgan propiedades antioxidantes y antiinflamatorias. También es un efectivo energizante, por esta razón aumenta el metabolismo para la eliminación de las grasas depositadas en los tejidos, motivo por el cual es utilizado como un práctico alimento para adelgazar; es buena para tratar la ansiedad, hipertensión arterial, taquicardia, palpitaciones, vértigo, y úlceras gástricas.

La cáscara se emplea en algunos países como abono orgánico y alimento para algunos animales domésticos. También se puede utilizar, como adyuvante en el tratamiento de trastornos de la glucemia y el perfil lipídico, reduciendo los factores de riesgo de muerte por enfermedades cardiovasculares. (Mogrovejo, 2008)

En general, la corteza de parchita es un subproducto de las industrias procesadoras de jugos obteniéndose de un 70% a 75% de material de desecho, el cual puede emplearse con el fin de obtener un producto de alto valor agregado, como puede ser la extracción de la pectina, reduciendo a su vez los desechos industriales, y por lo tanto la contaminación ambiental.

II.2 PECTINA

Las pectinas son polisacáridos, que se presentan en la naturaleza como elementos estructurales del sistema celular de las plantas. Su componente principal es el ácido poligalacturónico, que existe parcialmente esterificado con metanol (Herbstreith, 2011).

Es un tipo de fibra viscosa que consiste de cadenas de 300 a 1000 unidades de ácido galacturónico (Natural Standard, 2009). Las moléculas tienen un peso molecular de alrededor de 50.000-3000.000 gr/mol.

En la figura N° 2 presentada a continuación, se muestra una fracción de la cadena del ácido galacturónico con contenido de metoxilo.

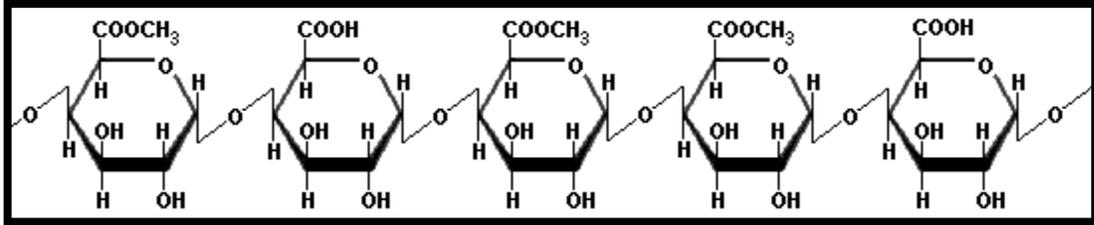


Figura N° 2. Cadena del ácido galacturónico. (Vaclavick,2002)

La pectina se compone de un conjunto complejo de polímeros ramificados del tipo de los carbohidratos y puede encontrarse de dos maneras en los alimentos, de forma simple cuando se concentra en pequeñas cantidades y en forma de gel cuando está en grandes dosis. Estos compuestos tienen propiedades de formar gel en un medio ácido, que conjuntamente con azúcares polihidrolizados, son utilizados en la industria alimenticia como agente gelificante y espesante, en la industria farmacéutica, cuando se requiere modificar la viscosidad en sus productos; y también como inhibidor en la formación de hidratos de carbono, en los procesos de explotación de gas natural (Abzueta ,2012).

Algunas características importantes de las pectinas son: el grado de metilación, el cual se refiere a la esterificación de los grupos carboxilos por radicales metilo, de acuerdo a su contenido en metoxilo, se le dará a la pectina un grado determinado. Si es mayor al 7%, será alto, de lo contrario será bajo. La degradación, en donde las pectinas se pueden degradar mediante despolimerización (donde se produce la ruptura de los restos del ácido galacturónico no metilado) o mediante desmetilación (donde el grado de metilación disminuye con la maduración). El peso molecular, el cual es variable de acuerdo al número de moléculas de ácido galacturónico. El poder gelificante, el cual se define como la capacidad que tiene una pectina para formar gel y depende de la molécula péctica y de su grado de metilación. La precipitación, pudiéndose nombrar agentes precipitantes para las pectinas de acuerdo a donde se encuentren. Aquellas pectinas que están en agua, precipitan con

alcoholes o acetonas, sin embargo, también pueden precipitarse mediante sales como sulfato de aluminio e hidróxido amonio que forman hidróxido de aluminio, cuyas partículas tienen carga positiva; y debido a las cargas negativas de las pectinas, éstas precipitan.

II.3 EXTRACCIÓN

La extracción es un proceso de separación donde dos sustancias inmiscibles entre sí, se ponen en contacto, y las sustancias a separar se disuelven en diferente proporción en las distintas fases. Es una operación unitaria por la cual un componente se separa o elimina mediante el contacto con otro material o fase, que tiene mayor afinidad por él; el resto de los componentes, en cambio, permanecen en la matriz vegetal (Ordoñez, 1999).

La extracción sólido-líquido es ampliamente utilizada en las industrias químicas, este proceso se realiza por cargas, en forma continua o de forma semicontinua. La forma más eficaz de favorecer la extracción sólido-líquido es a través de la difusión, disminuyendo el tamaño de la partícula para aumentar el área de transferencia de masa (Henley y Seader, 1988). Esta operación se conoce también por lixiviación o lavado, según las aplicaciones a las que se la destine. Si se pretende eliminar un componente no deseado de un sólido, se habla de lavado; si el componente extraído es el valioso, se denomina lixiviación (Costa, 1991). Éste último es la base del presente trabajo de investigación.

La difusión es un proceso físico irreversible, en donde la transferencia de moléculas de un lugar a otro se lleva a cabo en un medio cualquiera por diferencia de concentración (Welty et al., 1998).

En la figura N° 3 se muestra el antes y después de un proceso de lixiviación.

- 1: Disolvente
- 2: Fase sólida
- 3: Solute
- 4: Fase sólida sin soluto
- 5: Solute disuelto

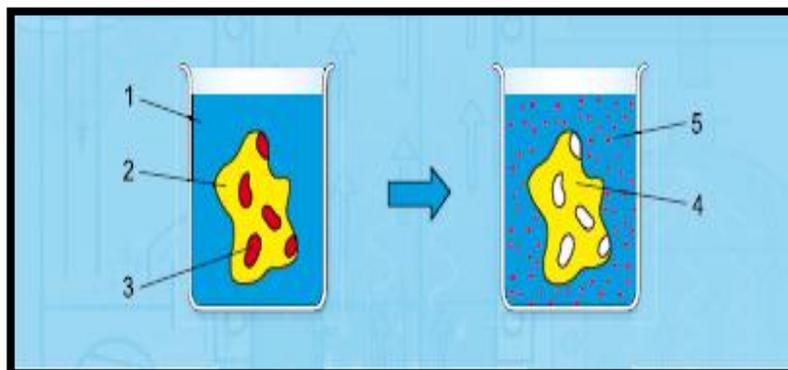


Figura N° 3. Proceso de extracción sólido-líquido (Gramlich, 2005)

En la figura anterior se puede observar la transferencia de partículas del soluto a la fase del disolvente, por diferencia de concentración en función del tiempo.

II.3.1 Técnicas de extracción.

La obtención de la pectina se puede realizar por distintas técnicas de extracción sólido-líquido, tales como son: la extracción tipo Soxhlet, la extracción asistida por microondas (EAM), por hidrólisis ácida y por hidrodestilación; las cuales se explican a continuación.

II.3.1.1 Extracción tipo Soxhlet.

Es un método de extracción continuo que se utiliza para materiales sólidos, basada en la técnica de arrastre con vapor (Lamarque, 2008).

Existen múltiples equipos para realizar el proceso de extracción por arrastre con vapor, el más utilizado por su poca complejidad, alta eficiencia y control, es el equipo Soxhlet; este equipo fue inventado en el año 1879 por Franz Von Soxhlet, para ser utilizado en la extracción de lípidos a partir de muestras sólidas (Angurell et al, 2007).

En la Figura N° 4 se muestra el equipo de extracción Soxhlet.

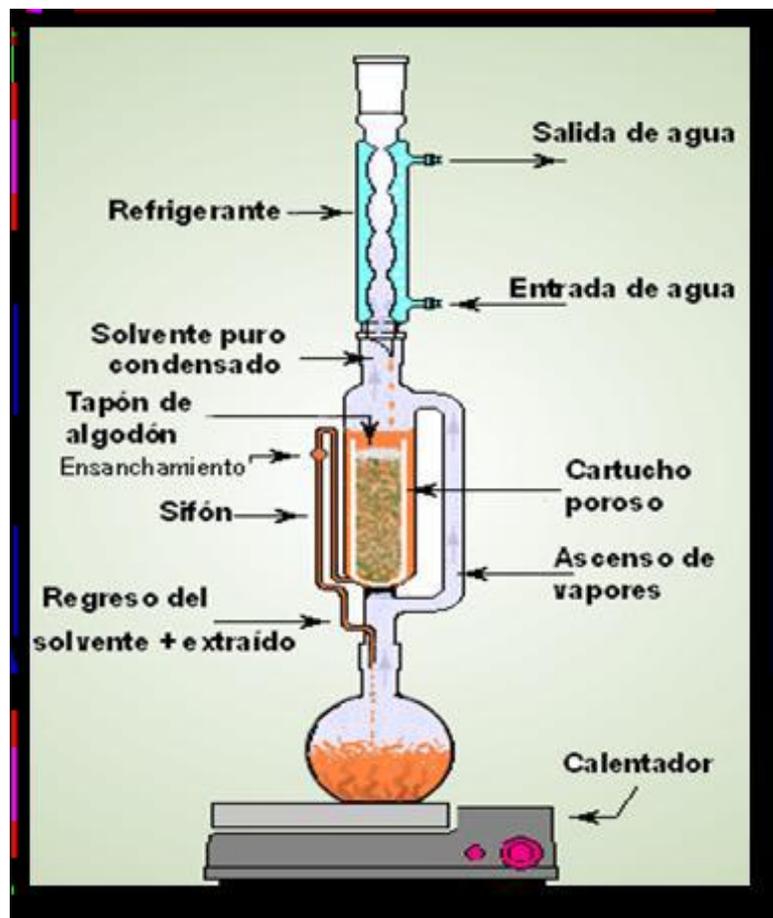


Figura N° 4. Extractor tipo Soxhlet (Landaeta y Orta, 2010).

Éste método consiste en colocar el material vegetal, previamente cortado y pesado, en un cartucho de celulosa que se introduce en la cámara de extracción, conectada por una parte a un balón de destilación y por otra a un condensador. El solvente inicialmente en estado líquido, contenido en el balón se calienta a ebullición, el vapor asciende por el tubo lateral y luego se condensa, cayendo sobre el material, permitiendo que penetre en su interior, y así extraer los componentes de su interior por diferencia de concentración. Cuando alcanza el nivel conveniente, se trasvasa por el tubo regresando al balón. El proceso se repite durante el tiempo que se establezca.

El material vegetal y el solvente no se encuentran en contacto directo, por esta razón, la tasa de saturación del solvente es baja y el rendimiento del método es alto.

II.3.1.2 Extracción Asistida por Microondas (EAM).

Se basa en el uso de la energía de microondas para conseguir que los compuestos de interés pasen de la muestra a un disolvente adecuado. Es una técnica rápida, que utiliza volúmenes pequeños de solvente y que permite el control de una serie de parámetros que afectan a la eficacia de extracción (Canosa, 2006).

El calentamiento inducido por la energía de microondas, se fundamenta en la orientación de dipolos sometidos a una radiación electromagnética de frecuencia comprendida entre los 100 MHz y los 3 GHz. En presencia del campo electromagnético, los dipolos se orientan preferentemente en una determinada dirección, volviendo a un estado desordenado cuando el campo cesa. La fricción entre moléculas, causada por estos movimientos provoca la emisión de energía calorífica. El alineamiento de moléculas polares seguido del correspondiente retorno al estado desordenado, ocurre aproximadamente 5×10^9 veces por segundo, lo cual provoca un calentamiento sumamente rápido (Bélanger, 2006).

A continuación en la Figura N° 5, se muestra el espectro electromagnético.

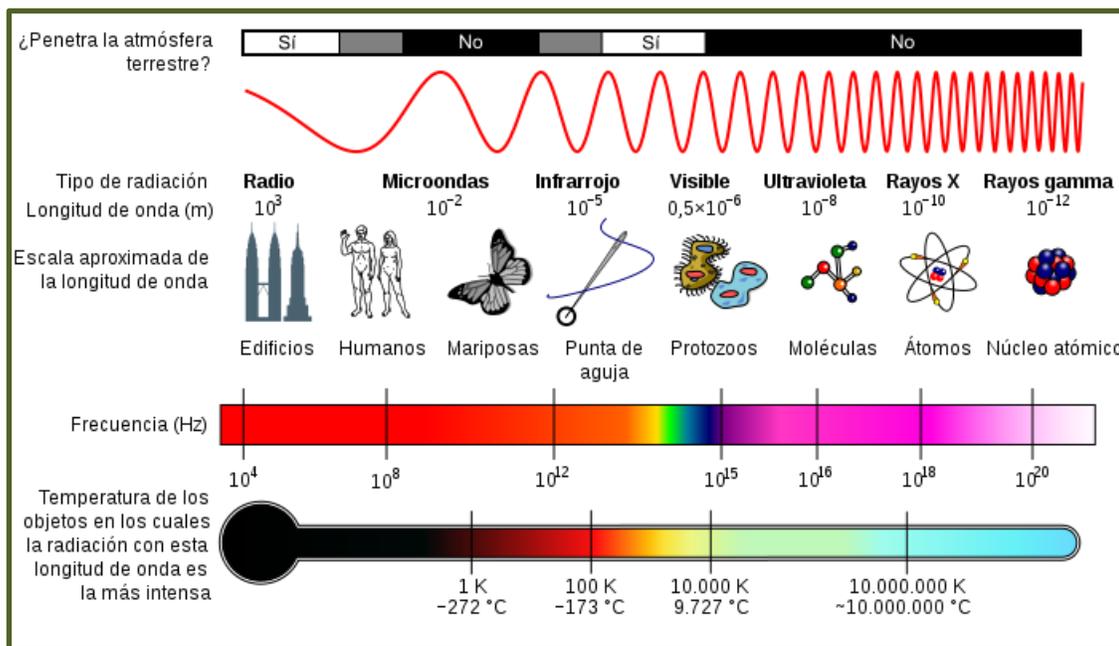


Figura N° 5. Espectro electromagnético (Gómez y Esteban, 2009).

En esta técnica de extracción, la muestra se calienta en contacto directo con el solvente por medio de la energía microondas. La temperatura de ebullición y la naturaleza del solvente separan los compuestos de interés de la materia prima. Tiene como principio fundamental poner en contacto directo la materia prima de extracción con el solvente seleccionado, el cual debe poseer habilidad para separar los compuestos de interés; seguidamente, la materia prima es irradiada por microondas, donde se convierte en energía calórica y por ende existe un aumento de temperatura dentro de la materia prima.

Los parámetros que afectan la eficacia de la extracción son la naturaleza del disolvente, la temperatura, la potencia, el tiempo de extracción y la naturaleza de la matriz. La temperatura ayuda a aumentar la difusividad de los analitos desde la matriz al disolvente. El efecto de la energía de microondas es fuertemente dependiente de la naturaleza del disolvente y de la matriz. Aquellos disolventes que tienen una elevada constante dieléctrica experimentan una elevada temperatura, aumentando la difusividad, mientras que los disolventes con una baja constante dieléctrica prácticamente no son calentados, actuando simplemente como solubilizadores de los analitos y la matriz sólo se calienta gracias a la presencia de agua en su estructura (Canosa, 2006).

La cantidad de energía aplicada es un parámetro a controlar, debido a que puede producir un calentamiento excesivo de la muestra. El tiempo de extracción también es estudiado, debido a que valores excesivamente largos podrían causar la degradación de compuestos termolábiles. La mayoría de estos parámetros pueden optimizarse mediante diseños de experimentos, lo que permite establecer las condiciones óptimas con un menor número de ensayos, reduciendo tiempo, trabajo y considerando las posibles interacciones que pueden tener varios factores entre sí (Canosa, 2006).

El proceso de extracción con microondas presenta varias ventajas:

- Tiempos cortos de operación.

- Por el movimiento molecular, se presentan la agitación y la extracción simultáneamente.
- Bajo consumo del solvente.
- Se logran alcanzar altas temperaturas.
- Bajo consumo de energía.

Entre las principales desventajas de esta técnica se encuentran:

- Necesidad de un proceso de filtración posterior a la extracción para separar el extracto de la materia prima.
- Existencia de puntos fríos y puntos calientes.
- Sobre calentamiento de la muestra.

II.3.1.3 Hidrólisis ácida.

Es el método más utilizado a nivel industrial para la obtención de pectina a partir de frutos cítricos. En ésta técnica la materia prima es suspendida en agua caliente con la cantidad necesaria de un ácido fuerte. Después de un tiempo, la solución resultante es retirada de los sólidos no solubles mediante filtración; luego se mezcla con alcohol para que la pectina precipite. El precipitado es extraído y se purifica lavando con alcohol, finalmente es secado y molido.

II.3.1.4 Hidrodestilación

Esta técnica de extracción, consiste en separar mediante la adición de calor los diferentes componentes de una mezcla, aprovechando las diferencias de volatilidades de los compuestos. En este método, la materia vegetal es colocada en contacto directo con el solvente (agua), luego aplicándole calor se comienza a destilar cuando alcanza el punto de ebullición del solvente. El vapor del solvente generado por el incremento de la temperatura extrae consigo compuestos contenidos en el interior del material vegetal. La fase orgánica formada se separa del material vegetal basándose en el punto de quiebre, el cual es la temperatura de ebullición de la mezcla a presión

atmosférica. La ubicación de la fase orgánica en la solución dependerá de la densidad de cada componente involucrado.

La ventaja fundamental de este método de extracción, es que los componentes de la materia vegetal no se degradan por efecto de la temperatura, debido a que el mismo se encuentra en constante circulación dependiendo de la temperatura de ebullición de la mezcla. Sin embargo, si el caudal o la temperatura del condensador no es adecuado, puede causar pérdidas en el rendimiento del extracto (Ortuño, 2006).

II.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.

Existen diversas técnicas de caracterización química, que permiten obtener información y datos específicos de las sustancias o compuestos químicos de interés. Entre estas técnicas de caracterización se encuentra la espectroscopía de infrarrojo, también llamado IR.

II.4.1 Espectro de infrarrojo (IR)

El Espectro de Infrarrojo sólo orienta sobre un análisis cualitativo y no refleja análisis cuantitativo, ya que no proporciona información acerca de la cantidad de grupos funcionales que están presentes en la molécula, arrojando así, gráficos con diferentes regiones donde se aprecian las longitudes de onda de los enlaces y los posibles grupos funcionales presentes en la molécula (Bolívar, 2010).

Esta técnica se basa en la absorción de radiación IR por las moléculas en vibración. Una molécula absorberá la energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que se dé una transición vibracional de la molécula. Es decir, la molécula comienza a vibrar de una determinada manera, gracias a la energía que se le suministra mediante luz infrarroja. Se genera una curva de transmitancia en función de la longitud de onda, permitiendo identificar los compuestos, pero sobre todo los grupos funcionales contenidos en una

muestra. Permite el análisis de polímeros, aditivos, contaminantes ambientales y diversas áreas de la industria química y de la medicina. (Bolívar, 2010).

CAPITULO III

MARCO METODOLÓGICO

En esta sección se presenta la metodología que se empleó para cumplir los objetivos planteados en el presente Trabajo Especial de Grado.

III.1.METODOLOGÍA GENERAL

Primeramente se realizó una revisión bibliográfica de los aspectos teóricos referentes a la parchita y a las pectinas. Se seleccionó el Trabajo de Maestría de Domínguez, C (2011) como referencia para las condiciones de trabajo utilizadas en el presente Trabajo Especial de Grado.

A continuación se muestra en la Figura N° 6 un esquema general del procedimiento experimental que se llevó a cabo.

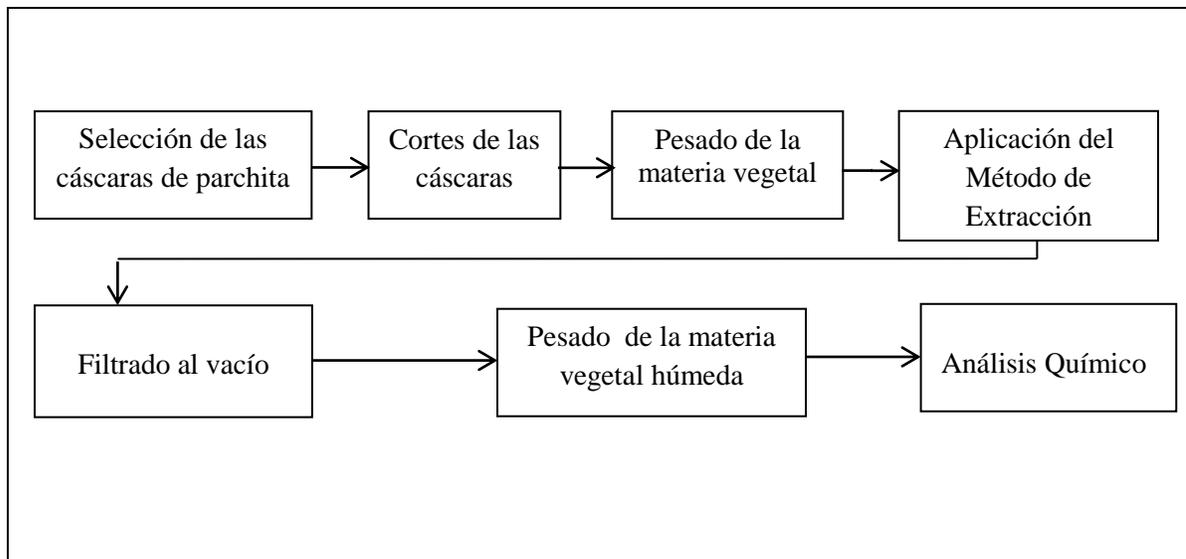


Figura N° 6. Procedimiento experimental general.

III.1.1. Preparación de la materia vegetal:

- Se seleccionó la parchita o maracuyá amarilla. Se requirió que la fruta estuviera madura, con cáscara lisa y uniforme.
- Se cortaron y despulparon las parchitas para obtener las cáscaras limpias.
- Se cortaron las cáscaras en tamaños aproximadamente iguales, cuadros de 0,4 cm de lado para todas las técnicas.

III.1.2. Extracción de la pectina

La extracción de la pectina se llevó a cabo con diferentes técnicas, esquematizadas en la Figura N°7:

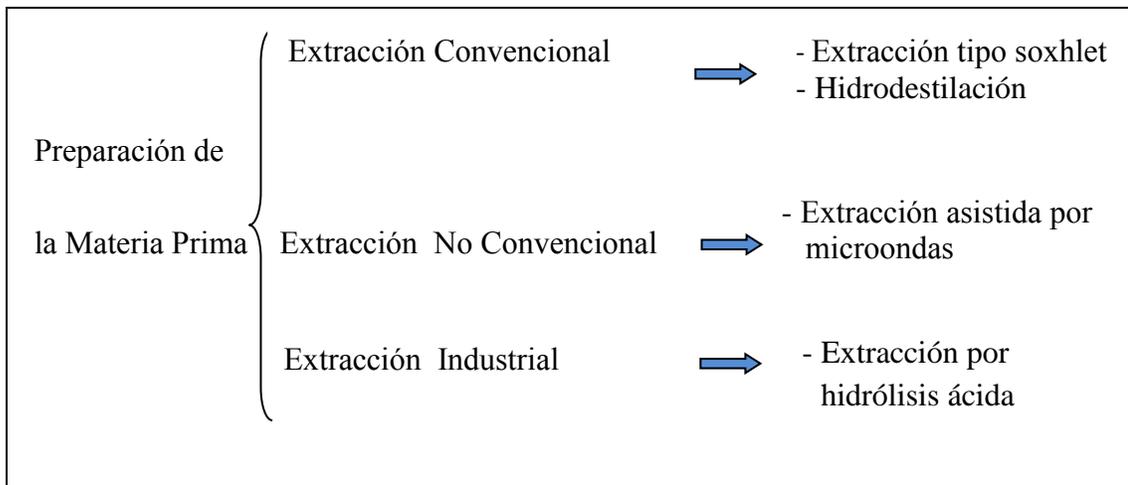


Figura N° 7. Técnicas de extracción sólido-líquido.

III.1.2.1. Extracción tipo Soxhlet

Para la extracción de la pectina por arrastre de vapor, fue necesario operar un equipo tipo Soxhlet (Figura N° 4), ubicado en el Módulo III de la Escuela de

Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela, mediante el siguiente procedimiento:

- Se realizó el montaje del equipo, ajustándolo a las condiciones de operación de presión (atmosférica) y temperatura (punto de ebullición del solvente), además se ajustó la potencia a 40% en la manta de calentamiento, para volatizar sólo el solvente y no degradar la materia prima (Landaeta y Orta, 2010).
- Se colocaron 25 g. de materia vegetal previamente cortada a 0,4 x 0,4 cm, en el cartucho de celulosa en el equipo soxhlet.
- Se colocó en un balón de destilación, 125 mL de etanol, junto con 6 perlas de ebullición.
- La extracción se realizó a diferentes tiempos: 3, 6, 12 y 24 horas.
- Se recolectó el extracto obtenido de cada extracción y se almacenaron en envases de color ámbar para evitar la degradación u oxidación de los compuestos, y luego se llevaron inmediatamente a refrigeración.
- Para cada extracción se realizó el cálculo del rendimiento en peso haciendo uso de la Ecuación (I), mostrada en el apéndice 3.

El procedimiento experimental detallado de este proceso, se encuentra en la sección 1.1.1 de apéndices.

III.1.2.2. Extracción Asistida por Microondas.

Fue necesario operar un equipo de microondas comercial (Figura N° 17), el cual se encuentra en el Módulo III de la Escuela de Ingeniería Química, en la Universidad Central de Venezuela, mediante el siguiente procedimiento:

- Se trabajó con una carga inicial de materia vegetal de 15 g. de 0,4 x 0,4 cm de lado, colocándola en un balón de destilación junto con 75 mL de solvente (etanol).

- Se determinó el tiempo necesario para alcanzar el punto de ebullición del solvente, siendo éste considerado el tiempo límite para el resto de las pruebas. Se trabajó el microondas con una potencia de 100%.
- Se determinó el mejor tiempo de extracción, variando el intervalo de tiempo de extracción, operando el microondas a una potencia de 100%. Se seleccionó como mejor tiempo aquel que arrojó el mayor rendimiento.
- Se llevó a cabo el proceso de extracción para porcentajes de potencias de 20, 40, 60 y 80%, a fin de determinar la potencia conveniente para una mayor extracción, en función al rendimiento obtenido. Se trabajó manteniendo constante el mejor tiempo determinado en el paso anterior.
- Por medio de filtrado al vacío, se separó el extracto de la materia vegetal,
- La materia vegetal separada se pesó.
- Se calculó el rendimiento a través de la Ecuación (I), mostrada en el apéndice 3.
- Se recolectó el extracto obtenido de cada extracción y se almacenaron en envases de color ámbar.

El procedimiento experimental detallado de este proceso, se encuentra en la sección 1.2.1 de apéndices.

III.1.2.3. Extracción por hidrólisis ácida.

La hidrólisis ácida fue llevada a cabo en el Módulo III de la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad Central de Venezuela, bajo el procedimiento descrito en el trabajo de Domínguez, C. (2011), “Determinación del método de extracción y las condiciones de operación óptimas para la extracción de la pectina de la cáscara de la parchita amarilla (*Pasiflora Edulis* F. *Flavicarpa*)”, ya que este procedimiento conserva las principales características del proceso industrial manteniendo las consideraciones de un estudio a escala de laboratorio:

- Se colocó en un beaker, 100 mL de una solución de agua acidulada usando ácido sulfúrico en proporción 4:1, con 25 g. de materia vegetal de 0,4 x 0,4 cm de lado en un baño térmico por un lapso de 90 minutos, a una temperatura máxima de 90°C, se colocó sobre una plancha de calentamiento a una potencia de 40 % .
- Se trabajó con un tiempo de extracción de 90 minutos, manteniendo la temperatura de la muestra a 90 °C.
- Se filtró al vacío la muestra, para separar la materia vegetal del extracto.
- Al extracto líquido se le añadió 50 mL de etanol absoluto para promover la precipitación en coágulos gelatinosos.
- Se pesó la materia vegetal húmeda, para así obtener el rendimiento del proceso, mediante la Ecuación (I), mostrada en el apéndice 3.

El procedimiento experimental detallado de este proceso, se encuentra en la sección 1.3.1 de apéndices.

III.1.2.4. Extracción por hidrodestilación

Para este tipo de extracción se utilizó el equipo mostrado en la Figura N° 9, en el Módulo III de la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad Central de Venezuela, bajo el siguiente procedimiento:

- Se colocó una carga de 25 g. de materia vegetal de 0,4 x 0,4 cm, junto a 150 ml del solvente (agua) en el balón de destilación.
- Se dispuso el porcentaje de potencia en la manta de calentamiento en un 40%, para llegar a la temperatura de ebullición.
- Se dejó operar el equipo durante 24 horas continuas, para obtener una cantidad significativa del extracto.
- Posteriormente se extrajo y se filtró al vacío la materia vegetal
- Una vez filtrada la materia vegetal húmeda, se pesó y se calculó el rendimiento a través de la Ecuación (I), mostrada en el apéndice 3.

- Se almacenó el extracto en envases de color ámbar y se llevo a refrigeración para su posterior análisis.

El procedimiento experimental detallado de este proceso, se encuentra en la sección 1.1.2 de apéndices.

Nota: Se repitió cada prueba 3 veces, y así garantizar la reproducibilidad de los rendimientos obtenidos.

III.2. CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

El método de caracterización químico empleado con el fin de identificar la composición química de los compuestos presentes en los extractos obtenidos, es el análisis por Espectroscopia de Infrarrojo (IR) el cual se realizó en el Laboratorio de Radiación Magnética Nuclear de la Escuela de Química, en la Facultad de Ciencias, de la Universidad Central de Venezuela (UCV).

A continuación se muestra en la Figura N° 8 el equipo de espectroscopía de infrarrojo.



Figura N° 8. Equipo de espectroscopía de infrarrojo de doble haz (Rius, 2007).

Cada compuesto químico tiene asociado un espectro infrarrojo característico, generando picos de absorción que corresponden a determinadas energías de vibración de los enlaces químicos presentes (Gómez y Fernández, 2007).

Para el análisis de resultados se evaluaron los rendimientos obtenidos en cada una de las técnicas y finalmente se compararon entre sí, con la finalidad de determinar la mejor técnica de extracción que se pueda emplear a nivel industrial.

Como análisis cualitativo alternativo, para saber si los extractos obtenidos contenían la sustancia deseada (pectina), se realizó el procedimiento descrito en el trabajo de Mueckay, M. (2006):

Se calentó 10 mL de extracto junto a 90 mL de agua en baño maría, si se lograba alcanzar la formación de un gel, esto indicaba la presencia de pectina en la muestra.

Este procedimiento se llevó a cabo en el en el Módulo III de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería, en la UCV.

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos luego de aplicar las técnicas descritas en la metodología para la extracción de pectina de la cáscara de la parchita amarilla, con su respectivo análisis y discusión, demostrando así el logro de los objetivos planteados en este trabajo especial de grado.

IV.1 Selección de la parchita amarilla:

Para el desarrollo del presente trabajo especial de grado, se utilizó la parchita amarilla (*Passiflora Edulis* F. *Flavicarpa*), la cual fue aportada por un centro de cultivo ubicado en La Victoria, Estado Aragua.

La fruta utilizada, se encontraba en su fase de maduración completa, fue despulpada para obtener la cáscara, y ésta fue cortada en los tamaños requeridos para cada técnica.

A continuación en la Tabla N° 2 se presentan las principales características que tenía la materia vegetal con la cual se trabajó.

Tabla N° 2.Características de la materia vegetal

Característica de la materia vegetal	Especificación de la materia vegetal
Condición de la materia prima	Cáscara de parchita amarilla
Género y variedad de la materia prima	<i>Passiflora Edulis</i> F. <i>Flavicarpa</i>
Color	Amarillo
Olor	Aromático
Tamaño	0,4 cm x 0,4 cm
Humedad de la materia prima	81,54%

Las condiciones expuestas anteriormente, fueron determinadas en el trabajo de maestría de Domínguez, C. (2011), donde se demostró que éstas son las mejores condiciones de la materia vegetal para la extracción de pectina en las técnicas utilizadas.

IV.2. Análisis de rendimiento

En esta sección se empleó la Ecuación (I) mostrada en el apéndice 3, la cual se basa en la diferencia de masa entre el estado inicial de la materia vegetal, y el estado luego de la extracción y filtrado al vacío de la misma.

IV.2.1 Extracción tipo Soxhlet

La extracción por arrastre con vapor, se realizó empleando el equipo tipo Soxhlet, y como solvente etanol. Se variaron tiempos entre 0 y 24 horas, y así, a través del mayor rendimiento obtenido, se seleccionó el mejor tiempo de extracción.

A continuación en la siguiente Figura N° 9 se presenta gráficamente la influencia del tiempo de extracción, en los valores de rendimiento obtenidos.

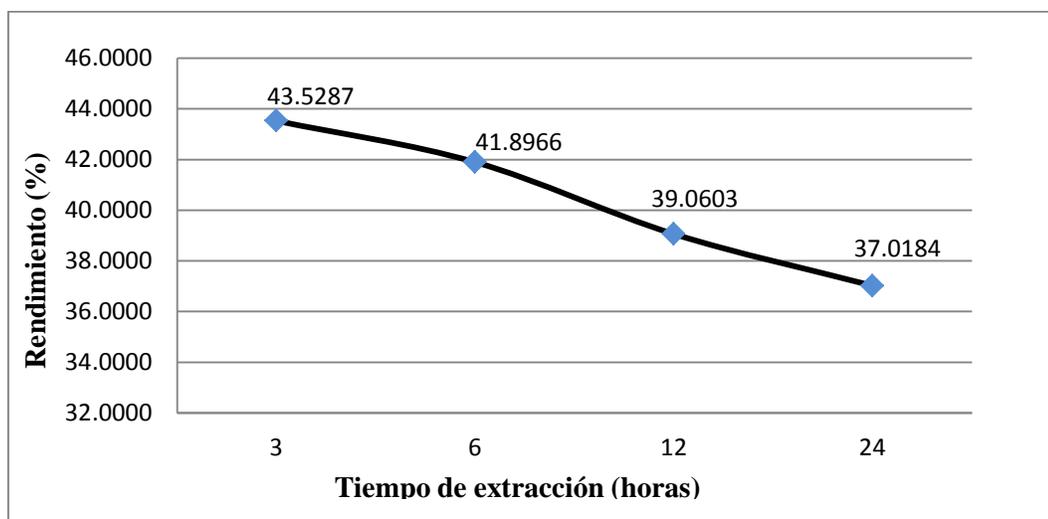


Figura N° 9. Rendimiento para la variación de tiempo en el equipo tipo Soxhlet.

En la Figura N° 9 se puede observar que el mayor rendimiento se obtuvo para un tiempo de extracción de 3 horas, y los valores del rendimiento siguen un orden decreciente con una variación de 2 % p/p entre ellos, a medida que se aumenta dicho tiempo. Es posible que si se aumenta el tiempo de extracción mayor a 24 horas, el rendimiento tendería a decrecer tal como lo muestra la figura.

A pesar de que se puede esperar que a mayor tiempo de contacto entre el solvente y la materia vegetal, la extracción se favorezca, éste no es el caso. Este comportamiento se puede atribuir a la presencia de un proceso de readsorción, el cual ocurre cuando la concentración de pectina en el líquido sobrenadante en la cámara de extracción supera la concentración de la materia vegetal, readsorbiéndose este compuesto. Otro aspecto que se puede mencionar es la presencia de errores experimentales, los cuales posiblemente están asociados al contenido de humedad presente en las cáscaras empleadas, lo que pudo haber afectado los valores del rendimiento.

IV.2.2. Extracción asistida por microondas (EAM)

En la técnica de extracción asistida por microondas, se empleó el equipo Clevenger modificado. Para llevar a cabo los experimentos requeridos, se determinó el tiempo en el que el solvente (etanol), alcanza el punto de ebullición, es decir, cuando comenzaron a aparecer las primeras burbujas de vapor, operando a una potencia de 100% en el microondas comercial. Este tiempo resultó de 44 segundos, el cual se tomó como tiempo de extracción límite; ya que a un mayor tiempo se tendrán pérdidas del solvente. Cabe destacar, que esta técnica se caracteriza por presentar tiempos de extracción cortos, debido a la rápida transferencia de energía proporcionada por las ondas microondas, que luego son convertidas en calor.

Una vez obtenido el tiempo de extracción límite, se procedió a variar los tiempos de extracción en intervalos de 11 segundos, manteniendo la potencia constante en 100%, hasta alcanzar el tiempo límite. El tiempo correspondiente a la muestra que arroje el mayor rendimiento, es el considerado como el mejor tiempo de extracción.

A continuación en la Figura N° 10 se presentan los valores de los rendimientos obtenidos para cada tiempo de extracción, empleando como técnica la EAM.

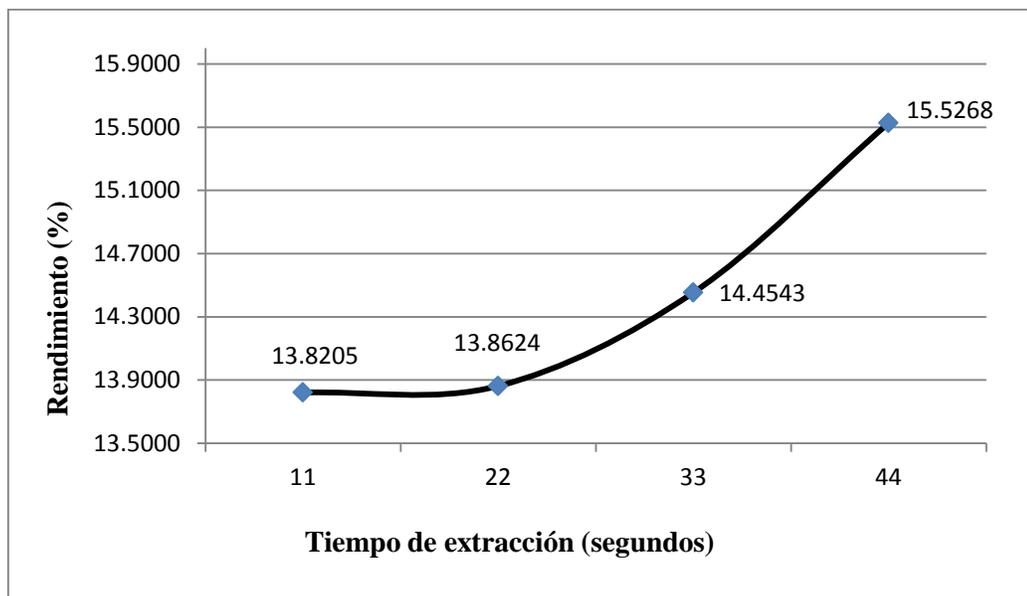


Figura N° 10. Rendimiento para la variación de tiempo en el equipo de microondas

En la Figura N° 10 se puede observar que la variación entre los rendimientos obtenidos, para los tiempos de extracción de 22, 33, y 44 segundos es de aproximadamente 1%, evidenciándose que el tiempo de extracción de 11 segundos es el que menor difiere a su valor mas cercano (22 segundos) con un 0,06% p/p. Esto se debe, a que el tiempo de extracción, al cual se somete la muestra a ondas microondas, es proporcional a la temperatura, por lo que a mayor temperatura, se favorece la solubilidad del sólido en el líquido; ya que las paredes celulares se rompen con mayor facilidad permitiendo una mayor transferencia de masa, propiedad que se evidencia a partir del tiempo de extracción de 22 segundos, donde se observa un crecimiento en los valores del rendimiento.

A medida que se aumenta el tiempo de extracción, mayor es el rendimiento obtenido. Por lo tanto se determinó, que para el solvente empleado y a una potencia fija de 100%, el mejor tiempo de extracción es 44 segundos.

A continuación, se realizaron pruebas con variaciones de potencia en el microondas comercial, desde 0 a 100%, manteniendo constante el mejor tiempo de extracción obtenido anteriormente. La potencia correspondiente a la muestra que

arroje el mayor rendimiento, es considerada como la potencia de operación conveniente.

En la Tabla N° 3, se presentan los valores de los rendimientos obtenidos para cada potencia, empleando como técnica la EAM, y manteniendo constante un tiempo de extracción de 44 segundos.

Tabla N° 3. Rendimientos obtenidos para diversas potencias empleando EAM.

Potencia	Rendimiento (%p/p) $\pm 0,0001$
20	14,2282
40	14,2505
60	14,2866
80	14,3220
100	15,5268

En la Tabla N° 3 se puede observar que los valores de rendimiento obtenidos para cada potencia entre 20 y 80%, en el equipo de microondas, se mantienen en 14% p/p, y se logra obtener el mayor rendimiento, al emplear una potencia de 100%.

En la Figura N° 11 se presenta gráficamente la influencia de la potencia, en los valores de rendimiento obtenidos empleando la técnica de EAM.

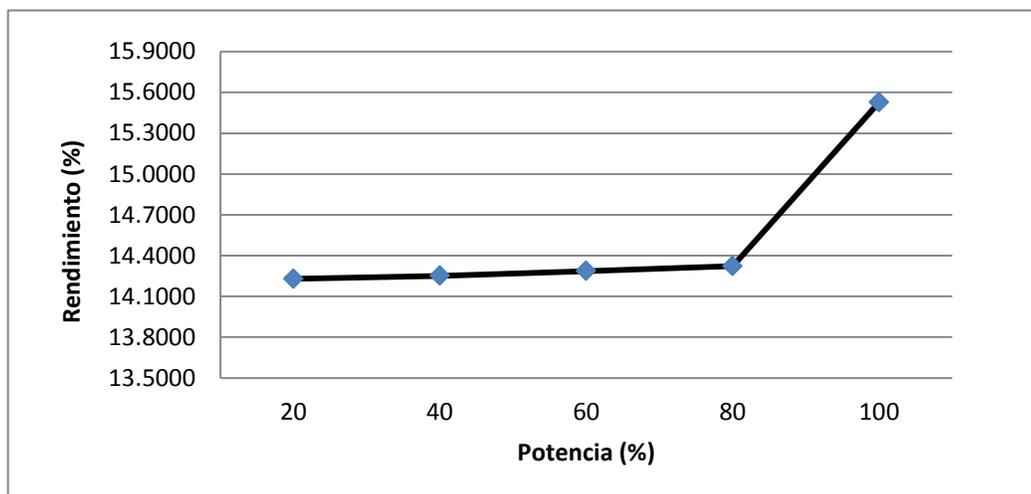


Figura N° 11. Rendimiento para la variación de potencia en el equipo de microondas

En la figura N° 11 se observa que el comportamiento del rendimiento tiende a ser constante, tomando en cuenta la presencia de los posibles errores asociados al procedimiento experimental. Esto demuestra, que para un tiempo de 44 segundos, la variación de potencia en el equipo microondas, no influye en gran medida en la extracción de compuestos de la cáscara de parchita. Por lo tanto se puede decir que en esta técnica sólo se requiere un mínimo de energía para romper la pared celular de la cáscara, permitiendo así la extracción de los compuestos peptídicos a lo largo del tiempo.

Debido a que los valores de rendimientos obtenidos al utilizar potencias de 20 y 100% difieren aproximadamente en 1,3% p/p, fue necesario realizar un estudio económico, para determinar si es rentable emplear una potencia de 100% considerando el gasto energético asociado, para aumentar el rendimiento en el porcentaje nombrado.

En la siguiente tabla N° 4 se muestra el costo asociado al emplear diferentes potencias en la extracción.

Tabla N° 4. Costo asociado para diferentes potencias en la EAM.

% Potencia	Tiempo de extracción (s.)	Costo (BsF.)
20	44	$6,831 \cdot 10^{-5}$
100	44	0,015

En la tabla anterior se puede observar que al aumentar la potencia en el equipo, la diferencia en cuanto al costo económico (BsF) es alta, comparándolo con el 1,3 %p/p que se gana. Por lo tanto es más rentable emplear una potencia de 20%, que realizar grandes gastos económicos para aumentar el rendimiento en un mínimo porcentaje.

IV.2.3 Extracción por hidrólisis ácida.

En la técnica de extracción por hidrólisis ácida se empleó ácido sulfúrico, y se trabajó con un tiempo de 90 minutos y temperatura de 90 °C. El ácido caliente

permite romper la pared celular con facilidad, liberando la pectina y transformándola en pectina hidrosoluble; cabe destacar que al añadir iones hidrógeno, disminuye la ionización de la pectina, por lo que aumenta la atracción pectina-pectina, favoreciendo la gelificación posterior, al agregar un alcohol. Evaluando éste proceso, se determinó que la extracción de pectina de la cáscara de parchita, arroja un rendimiento de 29,2581 % p/p.

IV.2.4 Extracción por hidrodestilación.

Finalmente se realizó la extracción por hidrodestilación, en ésta técnica se utilizó agua como solvente, y se operó a la temperatura de ebullición del mismo. El beneficio de ésta técnica, se debe a que la pectina posee gran afinidad con el agua, es por esto, que los grupos carboxilos presentes en la molécula, se ionizan, y se unen a los grupos cargados y a las moléculas polares de la materia vegetal (Vaclavick, 2002).

El rendimiento obtenido en éste caso fue de 32,0041%p/p.

IV.2.5 Comparación de las técnicas de extracción.

Luego de analizar cada técnica de extracción por separada, es importante realizar una comparación entre ellas, que permita seleccionar cuál técnica de extracción es la más eficiente para la obtención de pectina de la cáscara de parchita, basándose en el estudio del rendimiento. A continuación se presenta en la Tabla N° 5 los valores del mejor rendimiento obtenido para cada técnica de extracción.

Tabla N° 5. Estudio comparativo de los valores del mejor rendimiento para cada técnica de extracción.

Técnica de extracción	Solvente	Rendimiento (%p/p) ±0,0001
Extracción tipo Soxhlet	Etanol	43,5287
Extracción asistida por microondas		15,5268
Extracción por hidrodestilación	Agua	32,0041
Extracción por hidrólisis ácida	Ácido sulfúrico	29,2581

En la tabla N° 5 se puede observar que el mayor rendimiento, se obtuvo mediante la técnica de extracción con el equipo tipo soxhlet, con una diferencia de

11% respecto al valor más cercano, obtenido en la técnica de extracción por hidrólisis ácida.

La técnica de extracción tipo Soxhlet, a diferencia de las otras utilizadas, posee la ventaja de que la materia vegetal y el solvente no se encuentran en contacto directo, y este último siempre se mantiene limpio al momento de penetrar en el interior de la materia vegetal, por lo que se satura a una razón más lenta, permitiendo así, que los rendimientos sean mayores que en las otras técnicas. Por otra parte favorece el hecho de que disminuye la posibilidad de degradar los compuestos de interés al incrementar la temperatura de operación.

En segundo lugar se encuentra la técnica de extracción por hidrodestilación, la cual se caracteriza por los largos tiempos de contacto entre la materia vegetal y el solvente, y la habilidad que posee el agua para hacer soluble las sustancias que se desean extraer, favoreciendo así la extracción.

Los menores rendimientos corresponden a las técnicas de extracción por hidrólisis ácida y por microondas. Esto se puede atribuir al hecho de que en ambas, el tiempo de extracción es mucho menor que en las otras técnicas, y también que en el medio en el que se trabaja ya sea por el ácido, o por las ondas microondas, se corre el riesgo de degradar la matriz vegetal.

Para apreciar gráficamente la diferencia de los valores de rendimiento obtenidos entre las técnicas de extracción, se realizó la Figura N° 12

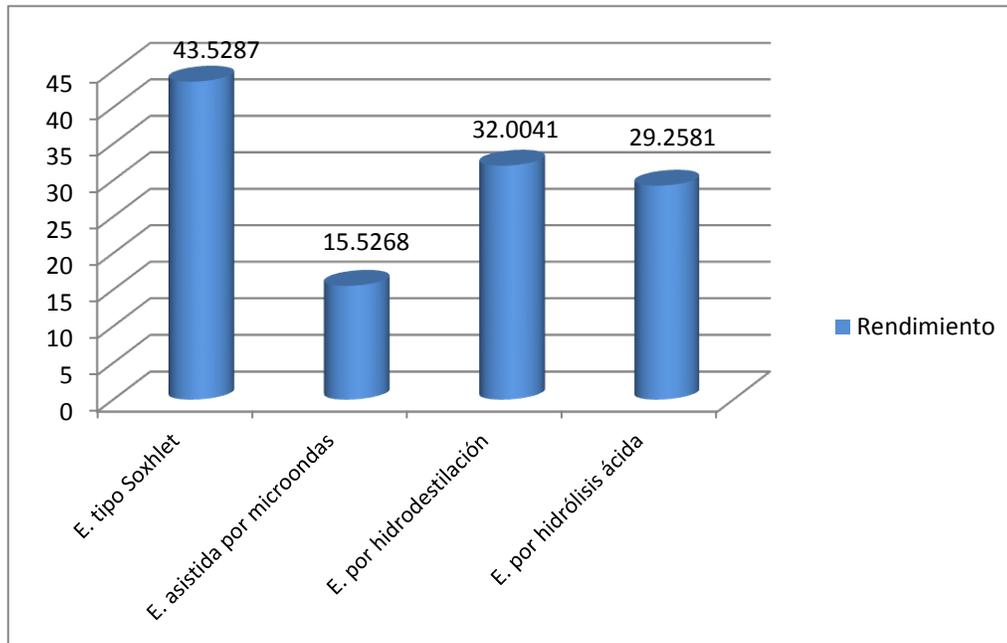


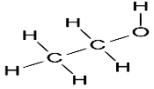
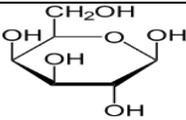
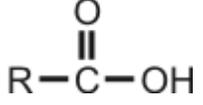
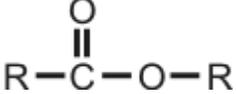
Figura N° 12. Estudio comparativo de rendimiento para cada técnica de extracción.

Al observar la Figura N° 12, y con todo lo discutido anteriormente, se puede concluir que la técnica de extracción tipo Soxhlet es la mejor para la obtención de pectina de la cáscara de la parchita amarilla, basándose en el porcentaje de rendimiento obtenido de las muestras.

IV.3 Análisis químico de las muestras obtenidas.

Para determinar la presencia de pectina en los extractos obtenidos, se aplicó el método de espectroscopía de infrarrojo, con la finalidad de identificar la presencia de grupos funcionales que caracterizan a este compuesto. En la siguiente tabla se presentan los rangos del espectro infrarrojo en los cuales se evidencia la presencia de los grupos funcionales de interés.

Tabla N° 6. Regiones de los espectros de infrarrojo de los compuestos de interés.

Nombre	Estructura molecular	Compuesto característico	Enlace específico	Región del espectro infrarrojo (cm ⁻¹)
Etanol		Alcohol	C-O	1300-1000
			O-H	3650 -3200
Azúcares		Aldehído	C=O	1740-1720
Pectina		Ácido carboxílico esterificado	C=O	1750-1650
Ésteres		Éster	C=O	1750-1735
			C-O	1300-1000

En la tabla anterior se puede observar que los azúcares y los ésteres se encuentran dentro del rango del espectro infrarrojo de la pectina, lo que permite determinar el grado de esterificación. Estos grupos funcionales, exponen sus grupos carboxílicos libres y esterificados. Los grupos carboxílicos libres identifican la presencia de pectina de bajo metoxilo, mientras que los grupos carboxílicos esterificados identifican la pectina de alto metoxilo (Sánchez y otros, 2011).

A continuación se muestra en la Figura N° 13 el espectro de infrarrojo para la técnica que arrojó el mayor rendimiento, la técnica de extracción tipo Soxhlet.

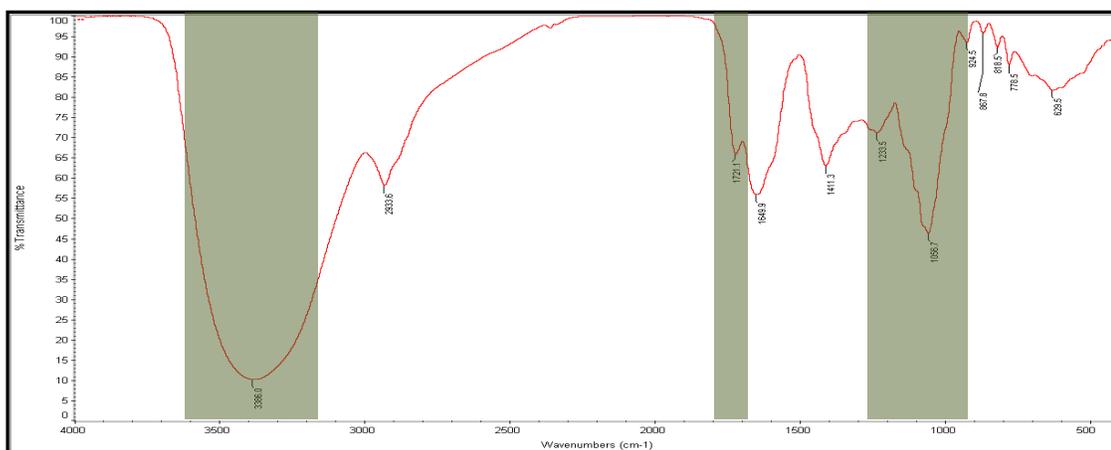


Figura N° 13. Espectro infrarrojo del extracto que arrojó mayor rendimiento, obtenido en la extracción tipo Soxhlet

En la Figura N° 13 se puede observar el ancho de banda del enlace entre el oxígeno y el hidrógeno (O-H), grupo funcional característico del solvente (etanol), comprendida entre 3600 cm^{-1} y 3200 cm^{-1} . La forma ancha se debe a la naturaleza diversa de las interacciones de los enlaces de hidrógeno de las moléculas del alcohol. En este caso se observa el pico en la banda de 3386 cm^{-1} , indicando efectivamente la presencia de etanol.

La región del espectro infrarrojo correspondiente al grupo funcional de la pectina se encuentra entre 1750 cm^{-1} y 1650 cm^{-1} . En la figura mostrada se puede observar el segundo pico con un valor de longitud de $1721,1\text{ cm}^{-1}$, con lo que se puede decir que es posible la presencia de pectina en la muestra. El tercer pico resaltado, se ubica en el valor de $1056,7\text{ cm}^{-1}$ indicando la presencia de ésteres, lo cual indica la posibilidad de que la pectina extraída sea de alto metoxilo.

Adicionalmente, se realizó el análisis de espectroscopía de infrarrojo, para el extracto que arrojó mayor rendimiento en la técnica de extracción asistida por microondas. Debido a que el valor es bajo respecto a los obtenidos en las demás técnicas, se busca asegurar la presencia de pectina.

Se muestra en la Figura N° 14 el espectro de infrarrojo para la técnica que arrojó el mayor rendimiento, la técnica de extracción asistida por microondas.

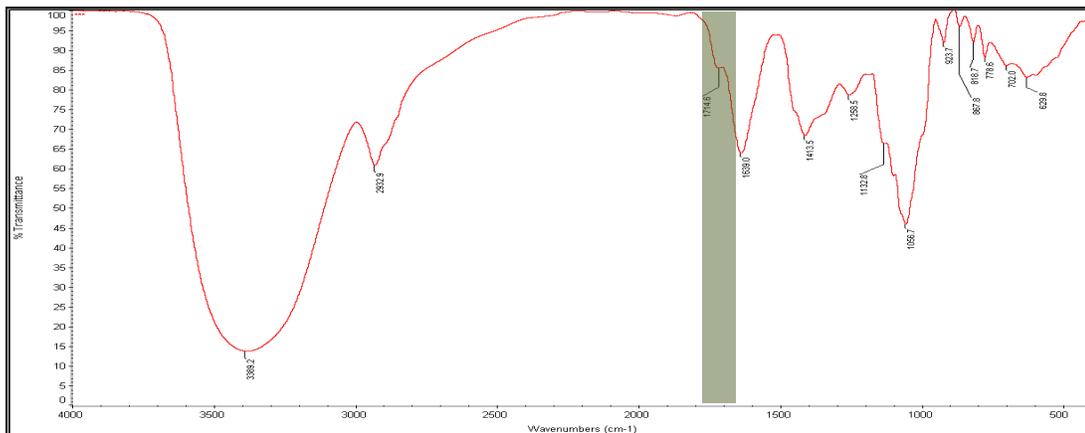


Figura N° 14. Espectro infrarrojo del extracto que arrojó mayor rendimiento, obtenido en la extracción asistida por microondas.

En la figura anterior se observa que en la región resaltada, el pico tiene una longitud de onda de $1714,6 \text{ cm}^{-1}$, tomando en cuenta el solapamiento de picos, lo expresa la posibilidad de de pectina en el extracto.

Finalmente cabe destacar que la espectroscopía de infrarrojo es una técnica cualitativa, por lo que no se puede determinar si se obtuvo grandes cantidades de pectina, sólo un estimado basándose en los rendimientos evaluados.

IV.4. Análisis cualitativo alterno

El análisis cualitativo alterno se aplicó solo a las muestras que arrojaron mayor rendimiento, esto con la finalidad de demostrar que los extractos obtenidos contenían pectina.

A continuación se muestra una tabla en la cual se exponen los resultados obtenidos al aplicar este análisis.

Tabla N° 7. Resultados del análisis cualitativo alterno

Técnica de extracción		Formación de gel
Extracción tipo Soxhlet		Si
Extracción asistida por microondas	Potencia: 20%	Si
	Potencia: 100%	Si

De la tabla anterior se puede decir, que al aplicar este procedimiento se verifica la presencia de pectina en los extractos. Resultado que ya se había considerado al aplicar la técnica de espectroscopia de infrarrojo. Con esto se confirma la efectividad de la técnica para la extracción de este compuesto.

IV.5 Comparación de los resultados de trabajo especial de grado- trabajo de maestría.

A continuación en la Tabla N° 8 se presenta un cuadro comparativo en el cual se muestran las condiciones de operación más relevante que influyeron directamente en los rendimientos obtenidos en el trabajo de maestría de Domínguez, C. (2011) y en este trabajo especial de grado.

Tabla N° 8. Cuadro comparativo de resultados trabajo especial de grado- trabajo de maestría.

Técnica de extracción	Extracción tipo soxhlet	Extracción asistida por microondas
Domínguez, C. (2011)	Tiempo de extracción=24 horas Rendimiento= 43,60 %p/p	Equipo empleado: beaker Tiempo límite de extracción=15s. Potencia= 100% Rendimiento= 5,67 %p/p
Alvarez, A. y Burgos, F. (2012)	Tiempo de extracción= 3 horas. Rendimiento= 43,53 %p/p	Equipo empleado: Clevenger modificado Tiempo límite de extracción= 44s. Potencia= 100% Rendimiento= 15,53%
	Tiempo de extracción= 24 horas Rendimiento= 37,02 %	

En la tabla N° 8 se puede observar que al emplear la extracción tipo soxhlet, para un tiempo de extracción de 3 horas en este trabajo especial de grado, se obtuvo un porcentaje de rendimiento muy cercano al obtenido en el trabajo de maestría en un tiempo de 24 horas; la diferencia radica al observar los valores de rendimiento obtenido para el tiempo de extracción de 24 horas.

En la técnica de extracción asistida por microondas (EAM) para este trabajo especial de grado, se utilizó el equipo Clevenger modificado, el cual influyó de manera positiva la extracción, en comparación con el trabajo de Domínguez donde se empleó un beaker. En esta técnica se logró alcanzar un mayor tiempo de extracción límite en el solvente, con lo que se puede aumentar el rendimiento.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

En base a los objetivos planteados en el presente trabajo especial de grado, se presentan a continuación las conclusiones más resaltantes de la extracción de pectina a partir de la cáscara de parchita amarilla.

- El mejor tiempo de extracción para la técnica de extracción tipo Soxhlet fue de 3 horas, basándose en el rendimiento obtenido cuyo valor fue 44 %p/p.
- En la extracción asistida por microondas (EAM) empleando el equipo Clevenger modificado, se obtuvo 44 segundos como tiempo de extracción límite.
- En la extracción asistida por microondas (EAM) empleando el equipo Clevenger modificado, el mejor tiempo de extracción en el rango evaluado (11,22,33 y 44 segundos) fue de 44 segundos., cuyo valor de rendimiento obtenido fue 16 %p/p.
- La potencia con la cual se obtuvo el máximo rendimiento en la extracción asistida por microondas (EAM) empleando el equipo Clevenger modificado, en el rango evaluado (20,40,60 y 80%) fue la de 100%, cuyo rendimiento obtenido fue 16 %p/p.
- La variación de potencia no afecta en gran medida el valor del rendimiento, y luego de un estudio económico se determinó que es rentable operar con una potencia de 20 %.
- Para la extracción asistida por microondas empleando el equipo Clevenger modificado, se aumenta el rendimiento en un 10% respecto al arrojado con un beaker.
- El rendimiento obtenido al aplicar la técnica de extracción por hidrólisis ácida, fue de 29 %p/p.
- El rendimiento obtenido al aplicar la técnica de extracción por hidrodestilación, fue de 32 %p/p.

- La técnica de extracción que presentó mayor valor de rendimiento fue la técnica de extracción por arrastre con vapor empleando el equipo tipo soxhlet con un valor de 44 %p/p.
- Para los intereses de ahorro de energía y tiempo de extracción, la mejor técnica es la extracción asistida por microondas, empleando el equipo Clevenger modificado.
- En la Espectroscopia de Infrarrojo, se encontró que en los extractos se logró obtener pectina.

En el análisis alterno se obtuvo formación de gel, confirmando la presencia de pectina en los extractos.

CAPÍTULO VI

RECOMENDACIONES

En función de los resultados y análisis de las técnicas de extracción empleadas, se plantean recomendaciones para estudios posteriores de la extracción de pectina a partir de la cáscara de parchita amarilla.

- Realizar estudios en la técnica de extracción tipo Soxhlet, empleando tiempos de extracción menores a 3 horas.
- Realizar estudios de la influencia de la relación soluto-solvente en el rendimiento, para la técnica de extracción asistida por microondas, empleando el equipo Clevenger modificado.
- Emplear la cáscara de parchita amarilla manteniendo su parte blanda (blanca), para la extracción de pectina, en las diferentes técnicas empleadas.
- Estudiar la técnica de extracción asistida por microondas, con el equipo Clevenger modificado, mediante la introducción de un condensador con mayor altura.
- Estudiar el rendimiento en la técnica de extracción por hidrólisis ácida empleando ácido clorhídrico.

BIBLIOGRAFÍA

- Abzueta, I., y Herrera, M. (2012). *Extracción de pectina de alto metoxilo a partir de cascaras de parchita para la producción de mermelada*. Trabajo de Investigación. Universidad de los Andes: Mérida, Venezuela.
- Angurell, I et al. (2007). *Operaciones Básicas en el Laboratorio de Química*. Departamento de Química Inorgánica. Universidad de Barcelona. España. <http://www.ub.edu> [Consultada: 08 de julio de 2012].
- Bélanger, J. (2006). *Applications of microwave-assisted processes (MAPTM) to environmental analysis*. 386. 1049-1058. Anal Bioanal Chem.
- Bolívar G. (2010). *Obtención de adsorbentes Lignocelulosos con alta capacidad de adsorción de metales pesados por modificación química*. Trabajo Especial de Grado de Ingeniería Química. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Camejo, C., Ferrer, A., de Ferrer, B., Peña, J., y Cedeño, M. (1996). *Extracción y caracterización de pectina en limones injertados de la región zuliana*. [Revista en línea] Facultad de Agronomía - Universidad del Zulia, 13 (5) 641-645. Disponible: <http://revistas.luz.edu.ve/index.php/fagro/article/viewFile/9966/9645> [Consultada: 6 de abril de 2012].
- Canosa, M. (2006). Disponible en URL : http://books.google.co.ve/books?id=2JxbiSyy01IC&printsec=frontcover&dq=maria+del+pilar+canosa&source=bl&ots=VflqDRsR0r&sig=CjpKrDvzs8TGM_yALC1k8X452zg&hl=es&sa=X&ei=2ip7UIDsGpLK0AH5ioHQBg&ved=0CCwQ6wEwAA [Consultada: 15 de agosto de 2012].
- Costa, J.; Cervera S., Cunill, F., Esplugas, S. y Mans C.(1991). *Introducción a los procesos, las operaciones unitarias y los fenómenos de transporte*. Editorial Reverté S. A. España. 49 p.
- D'Addosio, R., Páez, G., Marín, M., Mármol, Z., Ferrer, J. (2005). *Obtención y caracterización de pectina a partir de la cáscara de parchita (Passiflora edulis f.*

- flavicarpa Degener*). [Revista en línea] Facultad de Agronomía - Universidad del Zulia. 22, 240-249. Disponible: <http://revistas.luz.edu.ve/index.php/fagro/article/viewFile/8352/8001>. [Consultada: 28 de enero de 2012].
- Devia, J., (2003). *Proceso para producir Pectinas Cítricas*. [Revista en línea] Universidad EAFIT. 129, 21-30. Disponible: <http://redalyc.uaemex.mx/pdf/215/21512902.pdf>. [Consultada: 17 de febrero de 2012]
 - Domínguez, C. (2011). *Determinación del método de extracción y las condiciones de operación óptimas para la extracción de la pectina de la cáscara de la parchita amarilla (Passiflora Edulis F. Flavicarpa)*. Trabajo Especial de Máster como requisito para optar al Título de Magíster en Ingeniería Química. Universidad Central de Venezuela: Caracas, Venezuela.
 - Dugarte, D. (2010). *Determinación del método y las condiciones de operación para la extracción de la pectina contenida en la cáscara de mango y su aplicación en el tratamiento de hidratos de carbono*. Trabajo Especial de Grado presentado como requisito para optar al Título de Ingeniero Químico. Universidad Central de Venezuela: Caracas, Venezuela.
 - Gómez, C., Fernández, A (2007). *Espectroscopia de Infrarrojo (IR)*. España. Disponible en URL: www.icmm.csic.es/fis/espa/infrarrojo1.html [Consultada: 20 de abril de 2012].
 - Gómez, P. (2009). *Premios Nobel – Física 1901 (Los rayos X)*. <http://www.eltamiz.com> [Consultada: 23 de agosto de 2012].
 - Gramlich, K (2005, 03 de abril). Disponible en URL: http://www.gunt.de/download/extraction_spanish.pdf [Consultada: 20 de julio de 2012].
 - Henley, E., Seader, J. (1988). *Operaciones de Separación por Etapas de Equilibrio en Ingeniería Química*. Editorial Reverté S. A. España.

- Knight, R., y Sauls, J. (1994). *La Maracuyá o Parchita*. University of Florida.
- Lamarque, A., y Maestrí, D (2008). *Fundamentos teóricos-prácticos de química orgánica*. Editorial Encuentro. Argentina.
- *Maracuyá Passiflora edulis Sims*. Disponible en URL: <http://www.sabelotodo.org/agricultura/enredaderas/maracuya.html> [Consultada: 20 de mayo de 2012].
- Mogrovejo, M. (2008, 23 de octubre). Disponible en URL: <http://mednaturesagradafamilia.blogspot.com/2008/10/las-propiedades-de-la-maracuya.html> [Consultada 30 de julio de 2012].
- Mueckay, M. (2006). *Obtención de la pectina a partir de desechos industriales de maracuyá*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Agraria del Ecuador, Guayaquil – Ecuador. Disponible en URL: <http://www.monografias.com/trabajos59/obtencion-pectina/obtencion-pectina2.shtml>. [Consultada: 17 de abril de 2012].
- Natural Standard Inc (2009). *Pectina Crítica Modificada*. The Authority on Integrative Medicine. Estados Unidos. Disponible en URL: <http://www.naturalstandard.com> [Consultada: 29 de septiembre de 2012].
- Ordóñez, J. (1999). *Tecnología de los Alimentos*. Editorial Síntesis. Volumen I. 348p.
- Orta, L., y Landaeta, F. (2010). *Extracción de la pectina de la semilla del mango (Mangifera Indica L)*. Trabajo Especial de Grado presentado como requisito para optar al Título de Ingeniero Químico. Universidad Central de Venezuela: Caracas, Venezuela.
- Ortuño, M. (2006). *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes*. Ediciones AIYANA. España. p 22.
- Osorio, C. (2012). *Maracuyá (Passiflora Edulis Sims), una gran alternativa como fitomedicamento*. Artículo Científico.

- Rius, C. (2007). *Espectroscopía de infrarrojo y espectrometría de masas*. Departamento de Química Orgánica. Facultad de Química. Universidad Nacional Autónoma de México. México. Disponible en URL: <http://wearecheckiberica.es> [Consultada: 14 de mayo de 2012].
- 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*. Artículo Científico. Escuela Superior Politécnica del Litoral. Guayaquil, Ecuador.
- Sánchez, A., Aguilar, C., Contreras, J., Virginia, G., (2011). *Moléculas pécticas: extracción y su potencial aplicación como empaque*. Artículo Científico. Universidad Autónoma de Chihuahua.
- *Todo sobre la parchita*. Disponible en URL: http://www.locatel.com.ve/uploads/todo_sobre_la_parchita.pdf [Consultada: 20 de mayo de 2012].
- Vaclavick, V. (2002). *Fundamentos de ciencia de los alimentos*. Editorial Acribia. 63p.
- Wade, L. (2004). *Química orgánica*. Editorial Pearson Educación, S.A. p. 513.
- Welty, J., Wicks, C., Wilson, R. (1998). *Fundamentos de Transferencia de Momento, Calor y Masa*. Editorial LIMUSA S. A. México.
- Yáñez, A. (2011). *Determinación de las mejores condiciones de humedad y tamaño de la cáscara de parchita amarilla o maracuyá amarillo para la obtención de sus extractos*. Trabajo de Investigación. Universidad Central de Venezuela: Caracas, Venezuela.

El equipo de extracción está constituido por el recipiente (ES-01), en donde se introdujo la matriz vegetal (cáscara de parchita previamente cortada) en un cartucho de celulosa, este recipiente posee una válvula (VP-1) que permite el paso del vapor así como del líquido que se condensa, formando una mezcla entre el solvente y el extracto. En la parte superior del equipo se encuentra la sección de condensación, formado por un condensador total (C-01), el cual cuenta con una entrada (E1) y una salida (E2) del refrigerante (agua) mediante las mangueras (M1, M2). En la parte inferior se encuentra la sección generadora de vapor, la cual está formada por el balón de destilación (M-01) de 250 mililitros, donde se introdujo el solvente (etanol), dicho balón se coloca en la manta de calentamiento (MC-01), la cual posee un regulador de potencia (RC1) y una luz indicadora del encendido del equipo (LE1). Luego se fija el equipo a un soporte (S1), con la finalidad de sostener y asegurar el mismo mediante las pinzas (P1) para el equipo Soxhlet y (P2) para el condensador.

Procedimiento experimental:

1. Se lavó y se secó el material de vidrio utilizado, evitando daños al equipo.
2. Se colocaron 25 g. de cáscara de parchita cortadas a 0,4 x 0,4 cm de lado, las cuales fueron colocadas en el cartucho de celulosa del extractor tipo soxhlet.
3. Con la ayuda de un cilindro graduado, se midió 125 mL de etanol (solvente).
4. Se colocó en el balón (M-01), el solvente junto con 6 perlas de ebullición para mantener en constante movimiento el líquido a destilar y controlando así la formación de burbujas.
5. Se conectaron las mangueras de entrada y salida de refrigerante en el condensador vertical. La manguera de entrada (M1) en la parte inferior (E1) y la de salida (M2) en la parte superior (E2). Se aseguraron las mangueras con precintos para evitar fugas o desprendimientos por presión.
6. Se realizó el montaje del equipo, colocando el balón (M-01) sobre la manta de calentamiento (MC-01). Se acopló el extractor tipo soxhlet (ES-01) con el balón (M-01). Se conectó el condensador vertical (C-01) con el extractor tipo

soxhlet (ES-01), y se sujetaron ambas piezas con las pinzas (P1) y (P2) al soporte (S1).

7. Se abrió la llave de paso del refrigerante (agua) del condensador vertical (C-01). Teniendo precaución de no excederse en el paso de refrigerante para no generar la ruptura de la manguera por sobrepresión. Y se abrió por completo la válvula (VP-1).
8. Se conectó y encendió la manta de calentamiento (MC-01), luego se fijó la potencia en 40 % para llegar a la temperatura de ebullición sin degradar los componentes de la matriz vegetal ni el solvente (Domínguez, 2011).
9. Se dejó operando el equipo por 3 horas continuas.
10. Después de transcurrido el tiempo necesario para la extracción, se apagó la manta de calentamiento (MC-01) y se cerró la llave de paso del refrigerante (agua). Se dejó enfriar, se desmontó el condensador vertical (C-01) y el extractor tipo Soxhlet (ES-01).
11. Se extrajo la matriz vegetal del extractor tipo Soxhlet (ES-01) y se filtró al vacío, para retirar el excedente de solvente.
12. Se almacenó y refrigeró el extracto en envases color ámbar y se mantuvo en refrigeración para su posterior análisis.
13. Se pesó la matriz vegetal y se calculó su rendimiento.
14. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.
15. Se repitió el procedimiento para cada experiencia a diferentes tiempos de extracción de 6, 12 y 24 horas.

1.1.2. Extracción por Hidrodestilación

Descripción del equipo de hidrodestilación:

Ver Figura N° 16. El equipo de extracción está constituido por dos secciones; la sección de condensación y la sección generadora de vapor. En la parte superior del equipo se encuentra la sección de condensación, formado por un condensador total (C-01), el cual cuenta con una entrada (E1) y una salida (E2) del refrigerante (agua)

mediante las mangueras (M1, M2). En la parte inferior se encuentra la sección generadora de vapor, la cual está formada por el balón de destilación (M-01) de 250 mL, donde se introdujo el solvente (agua), junto con la matriz vegetal (cáscara de parchita previamente cortada), dicho balón se coloca en la manta de calentamiento (MC-01), la cual posee un regulador de potencia (RC1) y una luz indicadora del encendido del equipo (LE1). Luego se fija el equipo a un soporte (S1), con la finalidad de sostener y asegurar el mismo mediante las pinzas (P1) para el condensador.

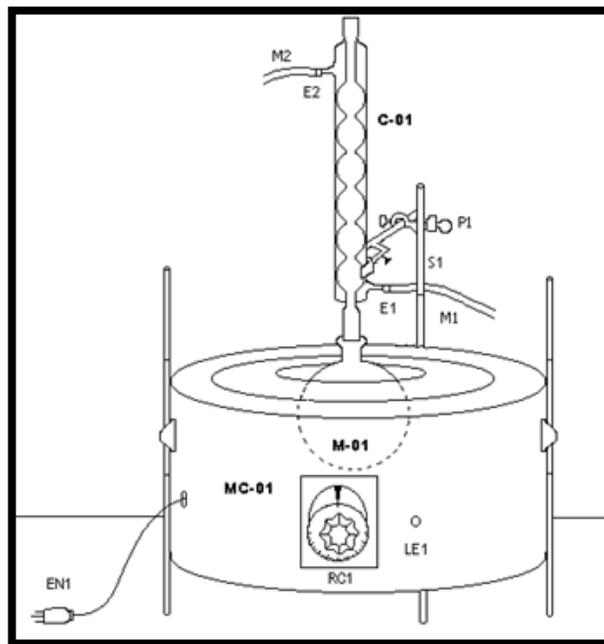


Figura N° 16. Diagrama del equipo de Hidrodestilación (Armas y Corredor, 2007).

Procedimiento experimental:

1. Se lavó y se secó el material de vidrio utilizado.
2. Se cortaron y pesaron 25 g. de la cáscara de parchita de 0,4 x 0,4 cm
3. Se midió 150 mL de agua (solvente) con la ayuda de un cilindro graduado.
4. Se colocó en el balón (M-01), el solvente junto con las cáscaras de las parchitas.

5. Se conectaron las mangueras de entrada y salida de refrigerante en el condensador vertical. La manguera de entrada (M1) en la parte inferior (E1) y la de salida (M2) en la parte superior (E2). Se aseguraron las mangueras con precintos para evitar fugas o desprendimientos por presión.
16. Se realizó el montaje del equipo, colocando el balón (M-01) sobre la manta de calentamiento (MC-01). Se acopló el condensador (C-01) con el balón (M-01) y se sujetó al soporte (S1) con la pinza (P1).
17. Se abrió la llave de paso del refrigerante (agua) al condensador vertical (C-01).
18. Se conectó y encendió la manta de calentamiento (MC-01), luego se fijó la potencia en 40 % para llegar a la temperatura de ebullición.
19. Se dejó operando el equipo por 24 horas continuas.
20. Después de transcurrido el tiempo necesario para la extracción, se apagó la manta de calentamiento (MC-01) y se cerró la llave de paso del refrigerante (agua).
21. Se desmontó el condensador vertical (C-01) y el balón de destilación (M-01)
22. Se extrajo y se filtró al vacío la matriz vegetal contenida en el balón (M-01).
23. Se almacenó y refrigeró el extracto en envases color ámbar para su posterior análisis.
24. Se pesó la matriz vegetal y se calculó su rendimiento.
25. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.

1.2. Extracción no convencional

1.2.1. Extracción asistida por microondas (EAM)

Descripción del equipo:

El equipo empleado es un microondas comercial el cual se muestra en la Figura N° 17.

El microondas marca Midea, modelo EG036ACY, con potencia de 1000 watts y una frecuencia de 2450 MHz, fue utilizado para realizar extracciones mediante esta técnica. El equipo microondas cuenta con un panel de control en el cual se ajusta el tiempo de residencia y los niveles de potencia.



Figura N° 17. Equipo microondas, marca Midea.

Procedimiento experimental:

Determinación del tiempo de extracción límite.

1. Se lavó y se secó el material de vidrio a utilizar.
2. Se midió 75 mL de solvente en un cilindro graduado y se introdujo en un balón de destilación de 500 mL.

3. 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 dispone por fuera del equipo de microondas, tal como se muestra en la Figura N° 17 , al cual se le conectaron las mangueras de entrada y salida de refrigerante (agua). Se aseguraron las mangueras con precintos para evitar fugas o desprendimientos por presión.
4. En el panel de control se fijó una potencia de 100%.
5. Se colocó en operación el equipo de microondas, hasta alcanzar el punto de ebullición del solvente, se seleccionó como tiempo de extracción límite aquel en el cual se observaron las primeras burbujas en el solvente.
6. Se abrió la puerta del microondas y se desmontó el equipo Clevenger.
7. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.

Determinación del mejor tiempo de extracción.

1. Se colocaron 15 g. de la materia vegetal de 0,4 x 0,4 cm en un balón de destilación de 500 mL.
2. Con ayuda de un cilindro graduado se midió la cantidad de 75 mL del solvente y se introdujo en el balón que contenía la materia vegetal, luego se realizó el montaje del equipo de Clevenger, tal como se muestra en la Figura N° 17.
3. Se fijó el tiempo de extracción en 11 segundos y la potencia de operación en 100% utilizando el panel de control del equipo y se inició el proceso presionando el botón de START.
4. Una vez terminado el tiempo se retiró la muestra del microondas y se filtró al vacío.
5. Se pesó la materia vegetal y se calculó su rendimiento.
6. Se almacenó y refrigeró el extracto en envases de color ámbar para su posterior análisis.

7. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.
8. Se repitió el procedimiento anterior, para tiempos de extracción de 22, 33 y 44 segundos.

Determinación de la potencia conveniente.

9. Se colocaron 15 g. de la materia vegetal en un balón de destilación de 500 mL.
10. Con ayuda de un cilindro graduado se midió la cantidad de 75 ml del solvente y se introdujo en el balón que contenía la materia vegetal, luego se colocó dentro del microondas y se acopló el condensador vertical (Equipo Clevenger modificado).
11. Se colocó el tiempo de extracción (mejor tiempo de extracción) y se fijó la potencia de operación en 20% utilizando el panel de control del equipo y se inició el proceso presionando el botón de START.
12. Una vez terminado el tiempo, se retiró la muestra del microondas, y se filtró al vacío.
13. Una vez ya filtrada la materia vegetal, se pesó y se calculó el rendimiento
14. Se almacenó el extracto en envases de color ámbar y se mantuvo en refrigeración para su posterior análisis.
15. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.
16. Se repitió el procedimiento anterior variando la potencia del equipo a 40, 60 y 80%.

1.3. Extracción Industrial

1.3.1 Hidrólisis ácida

Siendo la extracción por hidrólisis ácida la más empleada a nivel industrial, existen muchas variantes en el procedimiento, para el presente trabajo se empleó la

metodología descrita en el trabajo de Domínguez, C. (2011), ya que conserva las principales características del proceso industrial, manteniendo las consideraciones de un estudio a escala de laboratorio.

Procedimiento experimental:

1. Se colocó un beaker con 100 mL de una solución de agua acidulada usando ácido sulfúrico en proporción 4:1, con 25 g. de materia vegetal en un baño térmico para promover el calentamiento gradual e indirecto por convección a 100°C, por un lapso de 90 minutos a una temperatura máxima de 90°C, colocado sobre una plancha de calentamiento a potencia 4.
2. Transcurridos los 90 minutos con un monitoreo continuo de la temperatura, el extracto líquido se separó de la materia vegetal por medio del filtrado al vacío.
3. Al extracto líquido se le añadieron 50 ml de etanol absoluto para promover la precipitación de la pectina.
4. La materia vegetal ya filtrada, se pesó, y se calculó el rendimiento.
5. El precipitado obtenido se decantó para separar la fase densa después de la precipitación.
6. El precipitado rico en pectina se concentró exponiéndolo a temperatura ambiente para su posterior análisis.

Nota: Se repitió cada prueba 3 veces, y así garantizar la reproducibilidad de los rendimientos obtenidos.

2. MATERIALES

Los materiales utilizados en este trabajo especial de grado se listan a continuación.

- Cáscara de parchita.
- Espátula de acero inoxidable.
- Cápsulas de Petri.

- Balón de destilación de 250 y 500 mL.
- Beakers de 100 y 250 mL..
- Cilindros graduados de 50 y 100 mL.
- Perlas de ebullición.
- Embudo de vidrio para filtrado.
- Papel de filtro.
- Estufa de secado.
- Piceta.
- Reactivos químicos (etanol y ácido sulfúrico)
- Agua destilada.
- Frascos de color ámbar de recolección de muestras de 15 mL.
- Balanza electrónica.
- Tijeras.
- Termómetro.
- Soportes universal.
- Manta de calentamiento.
- Plancha de calentamiento.
- Microondas comercial.
- Equipo Soxhlet.
- Condensadores verticales.

3. CÁLCULOS TIPO

Para el desarrollo del trabajo especial de Grado se empleó la siguiente ecuación.

Rendimiento del Extracto:

$$\text{Rendimiento (\%)} = \left[\frac{\text{masa}_{\text{inicial}}(\text{g}) - \text{masa}_{\text{final}}(\text{g})}{\text{masa}_{\text{inicial}}(\text{g})} \right] \cdot 100\% \quad \text{Ecuación (I)}$$

Rendimiento= Valor Porcentual de Rendimiento (%).

Masa inicial= Masa inicial antes del proceso de extracción (g).

Masa final= Masa final luego del proceso de extracción (g).

A continuación se presenta un cálculo tipo para la técnica de extracción que arrojó mayor rendimiento

$$\text{Rendimiento (\%)} = \left[\frac{25,0042\text{g} - 14,1202\text{g}}{25,0042\text{g}} \right] \cdot 100\% = 43,5287\%$$

Costo asociado a la extracción asistida por microondas:

$$E_e = P \cdot t \quad \text{Ecuación (II)}$$

E_e = Energía eléctrica (Wh).

P = Potencia eléctrica (W).

t = Tiempo de extracción (h).

A continuación se presenta un cálculo tipo, para la extracción usando potencia de 20% en el microondas comercial.

$$E_e = (0,20 \cdot 1000\text{W}) \cdot \left(44\text{s} \cdot \frac{1\text{ h}}{3600\text{ s}} \right) = 2,444\text{ Wh}$$

$$E_e = 2,444\text{ Wh} = 2,444 \cdot 10^{-3}\text{ KWh}$$

Según la Gaceta Oficial N° 39.259 de fecha 08/09/2012 por CORPOELEC, se establece que 10 KWh corresponde a 0,28 BsF.

Se realiza una regla de tres para determinar el costo asociado al consumo de energía en el equipo microondas

$$\text{Costo} = 2,444. 10^{-3} \text{KWh} \cdot \left(\frac{0,28 \text{ BsF}}{10 \text{ KWh}} \right)$$

Resultando,

$$\text{Costo} = 6,831 \cdot 10^{-5} \text{ BsF.}$$

4. TABLAS DE DATOS OBTENIDOS

A continuación se presentan los valores obtenidos en el desarrollo de este trabajo especial de grado.

Tabla N° 9. Resultados de las pruebas, al emplear la técnica de extracción tipo Soxhlet.

Método	Solvente	Condiciones	Masa inicial (g) ± 0,0001	Masa final (g) ± 0,0001	Rendimiento (%p/p) ± 0,0001
Soxhlet	Etanol	3 horas	25,0765	14,2273	43,2644
Soxhlet	Etanol	3 horas	25,0231	14,1708	43,3691
Soxhlet	Etanol	3 horas	25,0042	14,1202	43,5287
Soxhlet	Etanol	6 horas	25,0373	14,6738	41,3922
Soxhlet	Etanol	6 horas	25,0172	14,6293	41,5230
Soxhlet	Etanol	6 horas	25,0185	14,5366	41,8966
Soxhlet	Etanol	12 horas	25,0751	15,2807	39,0603
Soxhlet	Etanol	12 horas	25,0170	15,2683	38,9683
Soxhlet	Etanol	12 horas	25,0421	15,3097	38,8642
Soxhlet	Etanol	24 horas	25,0594	15,7828	37,0184
Soxhlet	Etanol	24 horas	25,0137	15,8336	36,7003
Soxhlet	Etanol	24 horas	25,0352	15,8197	36,8102

Tabla N° 10. Resultados de las pruebas, al emplear la técnica de extracción asistida por microondas a diferentes tiempos de extracción.

Método	Solvente	Condiciones	Masa inicial (g) ± 0,0001	Masa final (g) ± 0,0001	Rendimiento (%p/p) ± 0,0001
Microondas	Etanol	Tiempo: 11 s Potencia: 100%	15,0185	12,9470	13,7930
Microondas	Etanol	Tiempo: 11 s Potencia: 100%	15,0371	12,9589	13,8205
Microondas	Etanol	Tiempo: 11 s Potencia: 100%	15,0279	12,9531	13,8063
Microondas	Etanol	Tiempo: 22 s Potencia: 100%	15,0962	13,0035	13,8624
Microondas	Etanol	Tiempo: 22 s Potencia: 100%	15,0872	12,9981	13,8468
Microondas	Etanol	Tiempo: 22 s Potencia: 100%	15,0083	12,9638	13,6225
Microondas	Etanol	Tiempo: 33 s Potencia: 100%	15,0081	12,8516	14,3689
Microondas	Etanol	Tiempo: 33 s Potencia: 100%	15,0751	12,8961	14,4543
Microondas	Etanol	Tiempo: 33 s Potencia: 100%	15,0228	12,8707	14,3256
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 100%	15,0391	12,7476	15,2369
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 100%	15,0939	12,7503	15,5268
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 100%	15,1002	12,8055	15,1965

Tabla N° 11. Resultados de las pruebas, al emplear la técnica de extracción asistida por microondas a diferentes potencia.

Método	Solvente	Condiciones	Masa inicial (g) ± 0,0001	Masa final (g) ± 0,0001	Rendimiento (%p/p) ± 0,0001
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 80%	15,0293	12,8768	14,3220
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 80%	15,0762	12,9201	14,3013
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 80%	15,0278	12,8791	14,2982
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 60%	15,0271	12,8807	14,2835
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 60%	15,0379	12,8895	14,2866
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 60%	15,0928	12,9382	14,2757
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 40%	15,0107	12,8716	14,2505
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 40%	15,0284	12,8873	14,2470
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 40%	15,0962	12,9475	14,2334
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 20%	15,0971	12,9492	14,2272
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 20%	15,0752	12,9352	14,1955
Microondas	Etanol	Tiempo: 44 s Potencia: 20%	15,0722	12,9277	14,2282

[ANEXO 1]

En esta sección de los anexos se presentan imágenes adicionales tomadas durante la realización de las técnicas de extracción.

1. Preparación de la materia prima.



Figura N° 18. Etapas de preparación de la materia vegetal para la extracción



Figura N° 19. Cáscara de parchita previa al proceso de extracción

[ANEXO 2]

2. Equipos para las técnicas de extracción convencionales.

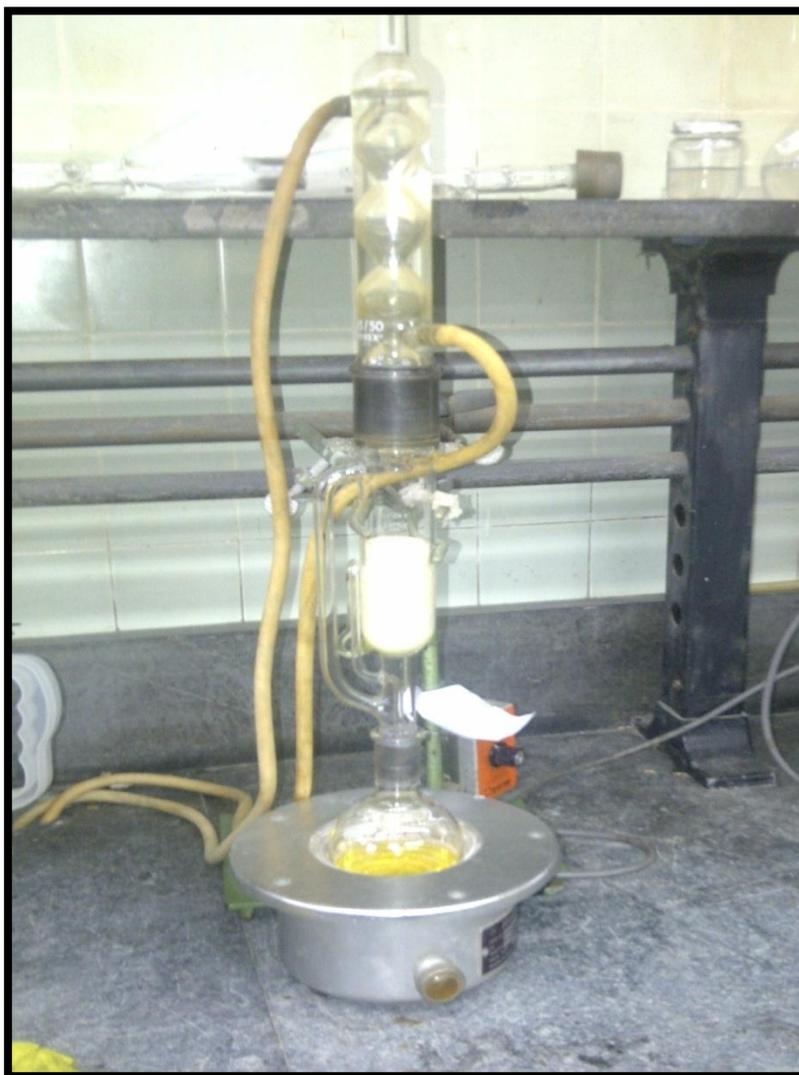


Figura N° 20. Montaje de la técnica de extracción tipo Soxhlet.



Figura N° 21. Montaje de la técnica de extracción por hidrodestilación.

[ANEXO 3]

3. Representación de los grupos funcionales en el espectro infrarrojo.

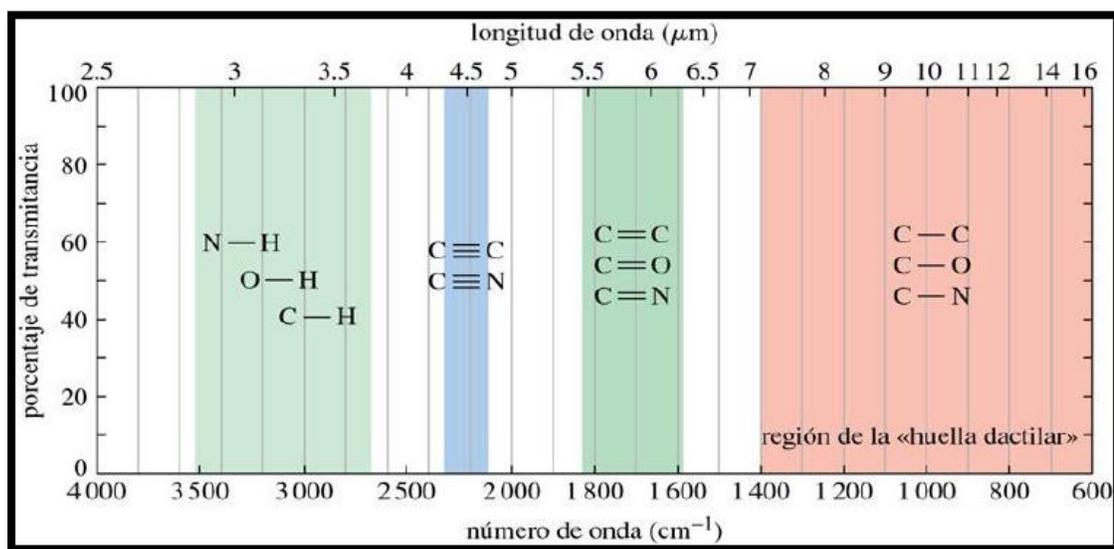


Figura N° 22. Resumen de las frecuencias de tensión en el infrarrojo.