

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



Extracción de pectina a partir de la pulpa de café por método de
hidrólisis ácida a escala laboratorio para su aprovechamiento

Trabajo de graduación en modalidad de tesis presentado por

Dirk Paolo Marroquin Padilla

para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química

Guatemala

2024

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



Extracción de pectina a partir de la pulpa de café por método de
hidrólisis ácida a escala laboratorio para su aprovechamiento

Trabajo de graduación en modalidad de tesis presentado por

Dirk Paolo Marroquin Padilla

para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química

Guatemala

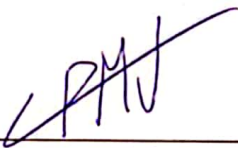
2024

Vo. Bo.

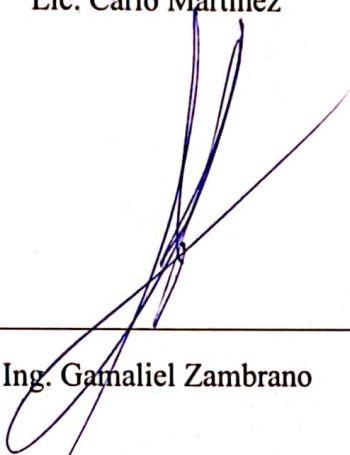
(f) 

Lic. Carlo Martinez

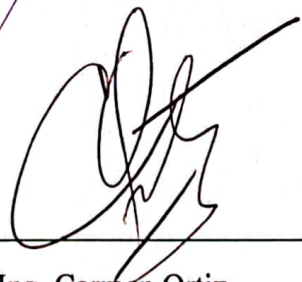
Terna examinadora

(f) 

Lic. Carlo Martinez

(f) 

Ing. Gamaliel Zambrano

(f) 

Ing. Carmen Ortiz

Fecha de aprobación: Guatemala, 04 de enero de 2024

PREFACIO

Desde el 2016 me llamaba la atención el tema del café, en especial, todo el proceso de su producción. Sin embargo, este tema es muy amplio. A inicios de 2020 tuve la oportunidad de ir a un ingeniero de producción de café y, si bien no fue sino hasta en el 2022 cuando elegí el tema del trabajo de graduación, desde ese entonces ya tenía de uno de los mayores problemas de la producción de café. Al observar cómo los trabajadores lavaban el café con agua me di cuenta de grandes montañas de pulpa en los campos de cosecha y pude también sentir el olor que estas emitían. Investigando sobre el tema me di cuenta de que lo más común era solo dejar que se descompusieran naturalmente los residuos de pulpa para luego usarlo como abono, y, en búsqueda de alguna alternativa, encontré el potencial de extracción de pectina.

El primer problema fue durante la experimentación al querer remover las impurezas del precipitado obtenido, esto porque las impurezas eran de muy pequeño tamaño y mediante técnicas comunes de filtrado no se lograban separar. Otro problema era lo largo del procedimiento, para una corrida necesitaba alrededor de 3 o 4 días de experimentación. Sin embargo, ante estas complicaciones logré encontrar soluciones a través de mis conocimientos adquiridos durante la carrera.

Quiero extender mis muy gratos agradecimientos hacia mis hermanos por ser siempre un ejemplo para seguir en el ámbito personal y académico; hacia mis padres por siempre brindarme apoyo moral y un amor incondicional; hacia mis abuelitos por siempre estar para mí aun cuando no siempre puedo compartir con ellos; hacia mis perritos por siempre recibirme con amor y alegría en los días más agotadores; y hacia mis amigos por tantas alegrías, frustraciones, tristezas y gozos durante estos 5 años de carrera. A cada una de estas personas, con mi mayor esfuerzo, amor y cariño, les dedico el presente trabajo.

ÍNDICE

I.	Introducción.....	1
II.	Objetivos.....	2
	A. General.....	2
	B. Específicos	2
III.	Justificación	3
IV.	Marco teórico.....	4
	A. Pulpa de café	4
	1. Definición.....	4
	2. Aplicaciones	4
	B. Pectina.....	5
	1. Definición.....	5
	2. Características fisicoquímicas	5
	3. Hidrólisis ácida.....	6
	4. Procesos de obtención	7
	5. Parámetros de medición de calidad	11
	6. Aplicaciones	12
	C. Análisis estadístico.....	12
	1. Formulación de hipótesis.....	12
	2. Tipos de pruebas.....	12
	3. Procedimiento de rechazo de hipótesis.....	13
V.	Antecedentes.....	14
VI.	Metodología.....	15
	A. Caracterización de pulpa	15
	1. Determinación de densidad de bulto	15
	2. Determinación de humedad.....	15
	3. Determinación de contenido de carbohidratos	15
	B. Extracción y purificación de pectina	15
	1. Obtención de extracto de pectina	15
	2. Precipitación y purificación de pectina	16
	C. Caracterización de pectina	16
	1. Determinación de grado de esterificación	16
	2. Determinación de contenido de metoxilo.....	16
	3. Determinación de contenido de ácido anhidrouónico	16
	4. Determinación de contenido de ceniza	17
VII.	Resultados.....	18
VIII.	Análisis de resultados	20

IX. Conclusiones.....	22
X. Recomendaciones	23
XI. Referencias	24
XII. Anexos	27
A. Datos originales.....	27
B. Figuras originales	30
C. Cálculos.....	32
D. Análisis estadístico.....	37
E. Análisis de error	38
F. Datos calculados	40
G. Fotografías	42
XIII. Glosario	46

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Partes del fruto de café.....	4
Figura 2: Estructura simplificada de una pectina	5
Figura 3: Estructura tridimensional con posicionamiento de pectina	6
Figura 4: Estructura de pectina de acuerdo con su contenido de metoxilo.....	6
Figura 5: Reacción general de hidrólisis	7
Figura 6: Reacción de hidrólisis de carbohidratos para obtener pectina.....	7
Figura 7: Proceso de obtención de pectina	9
Figura 8: Balance de masa ideal del proceso de extracción de pectina	9
Figura 9: Balance de energía ideal de la extracción de pectina	10
Figura 10: Balance de energía ideal del enfriamiento de la mezcla de pulpa en medio ácido.....	10
Figura 11: Balance de energía ideal del secado de pectina precipitada con etanol.....	10
Figura 12: Espectro IR de pectina comercial.....	11
Figura 13: Planteamiento de hipótesis para pruebas de una cola.....	13
Figura 14: Planteamiento de hipótesis para pruebas de dos colas	13
Figura 15: Resumen de estadístico de prueba y reglas de rechazo para las diferentes pruebas	13
Figura 16: Espectro IR de pectina obtenida.....	19
Figura 17: Balance de masa real de la extracción y purificación de pectina	30
Figura 18: Balance de energía real de la extracción de pectina	31
Figura 19: Balance de energía real del enfriamiento de la mezcla de pulpa en medio ácido	31
Figura 20: Balance de energía real del secado de pectina precipitada con etanol	31
Figura 21: Curva de calibración de absorbancia contra concentración de sulfato de cobre	32
Figura 22: Solución de hidrólisis de pulpa previo a reacción de Benedict	42
Figura 23: Centrífuga utilizada volumen de 1.5m	42
Figura 24: Reactivo de Benedict realizado	43
Figura 25: Precipitado de óxido de cobre en determinación de carbohidratos en pulpa.....	43
Figura 26: Espectrofotómetro UV-VIS utilizado	44
Figura 27: Solución de precipitado.....	44
Figura 28: Filtración al vacío para purificación de pectina	45
Figura 29: Pectina.....	45

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1: Media de humedad, densidad de bulto y contenido de carbohidratos en la pulpa de café	18
Cuadro 2: Media de rendimiento según el pH utilizado en la extracción	18
Cuadro 3: Hipótesis, valor-p y conclusión sobre las medias de rendimiento según el pH de la extracción	18
Cuadro 4: Media de contenido de ácido anhidrouónico, grado de esterificación, contenido de ceniza para la pectina obtenida y una pectina comercial.....	19
Cuadro 5: Datos de las 3 corridas de la medición de densidad de bulto	27
Cuadro 6: Datos de las 3 corridas de la medición de humedad	27
Cuadro 7: Datos del secado de pulpa.....	27
Cuadro 8: Datos de la hidrólisis de pulpa con ácido sulfúrico	27
Cuadro 9: Datos de cantidades para formación del reactivo de benedict	28
Cuadro 10: Datos de corridas de extracción de pectina a pH 4	28
Cuadro 11: Datos de corridas de extracción de pectina a pH 3	28
Cuadro 12: Datos de corridas de extracción de pectina a pH 2	29
Cuadro 12: Datos de corridas de titulación para grado de esterificación.....	29
Cuadro 13: Datos de corridas de titulación para peso equivalente	29
Cuadro 14: Datos de corridas de titulación para contenido de metoxilo	29
Cuadro 15: Datos de corridas de contenido de ceniza	30
Cuadro 16: Densidades por corrida	40
Cuadro 17: Humedad por corrida	40
Cuadro 18: Absorbancia, contenido de sulfato de cobre, cantidad de carbohidratos y contenido de carbohidratos totales	40
Cuadro 19: Datos calculados de la curva de calibración de sulfato de cobre	40
Cuadro 20: Rendimientos de extracción de pectina para todas las corridas a diferentes pH	40
Cuadro 21: Grado de esterificación por corrida.....	41
Cuadro 22: Contenido de metoxilo por corrida	41
Cuadro 23: Contenido de ceniza por corrida	41

RESUMEN

El objetivo general del presente trabajo era extraer pectina a partir de la pulpa de café utilizando el método convencional de hidrólisis ácida para aprovechar este residuo. Se utilizó pulpa de café cosechada de variedad arábica de región Oriente de Guatemala. La hidrólisis se realizó en medio ácido a través de la adición de ácido clorhídrico 0.5M a 90°C durante 1h. Posteriormente se llevó a cabo una precipitación utilizando etanol al 99.9% de pureza en una relación volumen-volumen de 1:1 con respecto al agua destilada añadida en la hidrólisis. Por último, se purificó la misma mediante los procesos de filtración, centrifugación y secado.

La pectina extraída fue caracterizada por medio de la determinación del grado de esterificación (GE), contenido de ácido anhidrouónico (AUA) y contenido de ceniza. El primero se obtuvo mediante una valoración de la pectina antes y después de una desterificación en un medio con NaOH 0.1N. El segundo se obtuvo a través de una relación directa entre GE y el contenido de metoxilo el cual es un parámetro obtenido a través de otra titulación. El contenido de ceniza se determinó gracias a la diferencia de masa antes y después de un proceso de calentamiento a 400°C por 4h.

La pulpa utilizada también fue caracterizada mediante la determinación de su densidad de bulto, contenido de humedad y contenido de carbohidratos totales. La primera se calculó a través del volumen que ocupada una masa específica de pulpa arreglada naturalmente. El contenido de humedad se obtuvo con la diferencia de masa antes y después de un proceso de secado a 105°C durante 5h. Finalmente, el contenido de carbohidratos totales se determinó a través de un método cuantitativo de la reacción de Benedict donde primero fue necesario llevar a cabo una hidrólisis con ácido sulfúrico.

Se determinó que la pulpa de café utilizada para la obtención de pectina tiene una humedad promedio del 74.42 ± 0.07 %, una densidad de bulto promedio de 346.89 ± 2.08 kg/m³, y un contenido de carbohidratos promedio de 47.83 ± 2.14 % dentro de los rangos típicos de esta materia prima. Se encontró que a valores más bajos de pH se obtiene un mayor rendimiento de extracción de pectina. Además, con respecto a la pectina obtenida, el contenido de ácido anhidrouónico (31.07 ± 5.79 %) y grado de esterificación (49.92 ± 3.32 %) ambos están fuera de los rangos comunes de una pectina comercial lo cual se pudo deber a impurezas dentro de la pectina, mientras que el contenido de ceniza (3.33 ± 0.01 %) está dentro del rango de una pectina comercial. Asimismo, la pectina se clasifica como una pectina de bajo metoxilo y cumple con los principales grupos característicos presentes en la estructura molecular de la pectina en un análisis del espectro IR.

Se recomienda la realización de un análisis económico integral del proceso de extracción y purificación de pectina, con un enfoque en la rentabilidad. También sería valioso comparar diferentes métodos de extracción y purificación para maximizar el rendimiento. Explorar las aplicaciones específicas de la pectina obtenida, como pruebas de gelificación y solubilidad, podría permitir delimitar las aplicaciones de esta. Finalmente, se propone considerar el escalamiento de este proceso para su implementación en un ingenio cafetalero, junto con el diseño y dimensionamiento de los equipos necesarios, con el objetivo de lograr una relación costo-beneficio óptima.

I. INTRODUCCIÓN

La industria del café es un pilar económico en Guatemala. Grandes producciones de café se trabajan anualmente en muchos beneficios del país. Dentro del proceso de producción el residuo que más se genera es la pulpa de café. Esto proviene del despulpado, el cual es uno de los primeros pasos que se realiza con el fin de remover la cáscara más externa al fruto cereza del café (Anacafé, 2021).

La pulpa de café se considera un subproducto de la producción que típicamente se descarta o bien se utiliza como abono. Ambos usos tienen la principal desventaja que durante el proceso de descomposición se genera un impacto ambiental negativo. Sin embargo, es posible darle un uso alternativo debido a que esta pulpa tiene una cantidad extraíble de pectina, un polisacárido útil por sus propiedades gelatinizantes y espesantes (Salazar, Acuña, & de Salcedo, 2022).

La pectina generalmente se utiliza en industrias alimenticias y farmacéuticas. Dentro de la industria alimenticia se utiliza para hacer yogurt, mermeladas, bebidas, productos lácteos y pasteles. Por el otro lado, en la industria farmacéutica se añade a productos cosméticos por sus propiedades emulsionantes (Labrador, 2016).

El presente trabajo pretende valorizar este subproducto de la producción de café para la extracción de pectina, esto a través de un método convencional a partir de una hidrólisis ácida y técnicas de purificación como lo es la decantación, precipitación, filtración al vacío y centrifugación. Además, se busca determinar si el efecto del pH es significativo en la extracción de pectina de pulpa de café y si la calidad de la pectina es comparable a la de una pectina comercial.

II. OBJETIVOS

A. GENERAL

- Extraer pectina a partir de la pulpa de café utilizando el método convencional de hidrólisis ácida para aprovechar este residuo.

B. ESPECÍFICOS

- Caracterizar la pulpa de café a través de la determinación de su contenido de humedad, densidad y contenido de carbohidratos para evaluar si esta puede ser utilizada como materia prima en la extracción de pectina.
- Determinar el efecto del pH en el rendimiento en peso de la pectina extraída a través de diferencia de medias para determinar si este influye significativamente en el proceso.
- Caracterizar la calidad de la pectina obtenida a través de la medición del contenido de ácido anhidrouónico, ceniza, y grado de esterificación para evaluar si su calidad es comparable con la de una pectina comercial.

III. JUSTIFICACIÓN

Guatemala es un país productor de café a escala masiva. Según Anacafé (2021), en el periodo 2019/2020 Guatemala produjo 3.6 millones de sacos de café de 60kg cada uno. En el peso total de café la cáscara, también conocida como pulpa, representa aproximadamente un 40%. Generalmente después de remover la pulpa durante el proceso de beneficiado de café se puede utilizar únicamente como abono natural después de pasar por un proceso de secado natural, en el caso no se deseché.

Un uso alternativo es utilizar la pulpa como materia prima para un proceso de obtención de pectina. El proceso presenta una nueva opción para el aprovechamiento de la gran cantidad de pulpa usando un proceso de hidrólisis ácida y centrifugación para su extracción y purificación. La pectina se utiliza en la industria alimenticia y cosmética por sus propiedades gelatinizantes y aglutinantes.

IV. MARCO TEÓRICO

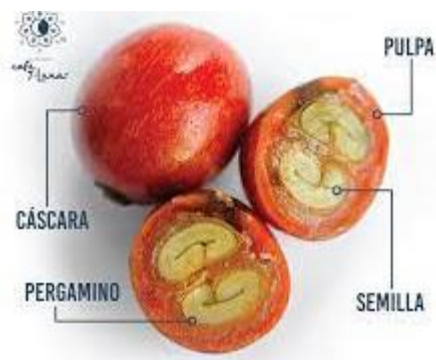
A. PULPA DE CAFÉ

1. Definición

El café es el producto generado después de tratar el fruto del café (cereza). El fruto del café es de los más producidos a nivel mundial. Después de ser cosechado es procesado para obtener el café tostado que generalmente es el que llega al consumidor. El fruto tiene 3 partes principales la piel, la pulpa y el grano. De estas la pulpa de café representa el 40% del peso del fruto del café. (Salazar, Acuña, & de Salcedo, 2022).

La piel, también conocida como exocarpio, del fruto es la capa más externa del fruto. Sirve para la protección del grano, es verde y cuando madura se torna de un color rojo/naranja. La pulpa o mesocarpio es la capa después de la piel. Tiene abundantes azúcares y, además de ayudar a la protección del grano, sirve para el proceso de fermentación que es fundamental para la producción del café tostado. El grano o semilla es el elemento con las propiedades organolépticas más marcadas. Este es el que sufre más cambios fisicoquímicos durante la producción de café tostado. Son 2 semillas y ambas están recubiertas por una película delgada conocida como pergamino (Figura 1) (Salazar, Acuña, & de Salcedo, 2022). La pulpa de café está compuesta por 44 – 50% de carbohidratos, 10 – 12% de proteína, 2.5% de grasa, y 18 – 21% de fibra (Serna-Jiménez et al., 2018)

Figura 1: Partes del fruto de café



Fuente: (Serna-Jiménez et al., 2018)

2. Aplicaciones

La pulpa de café es de los mayores subproductos en el proceso de producción de café comercial. El uso más común que se le da a la pulpa una vez se retira del fruto es como abono orgánico. El residuo de pulpa primero se deja secar por un par de días naturalmente bajo el sol y después se añade a fosas y, mediante un proceso de descomposición natural por 4 a 6 meses, se obtiene un abono natural. El abono producido puede ser utilizado para cubrir los requerimientos de fertilización de un 25% del área de cosecha de café (Gómez, 2019).

B. PECTINA

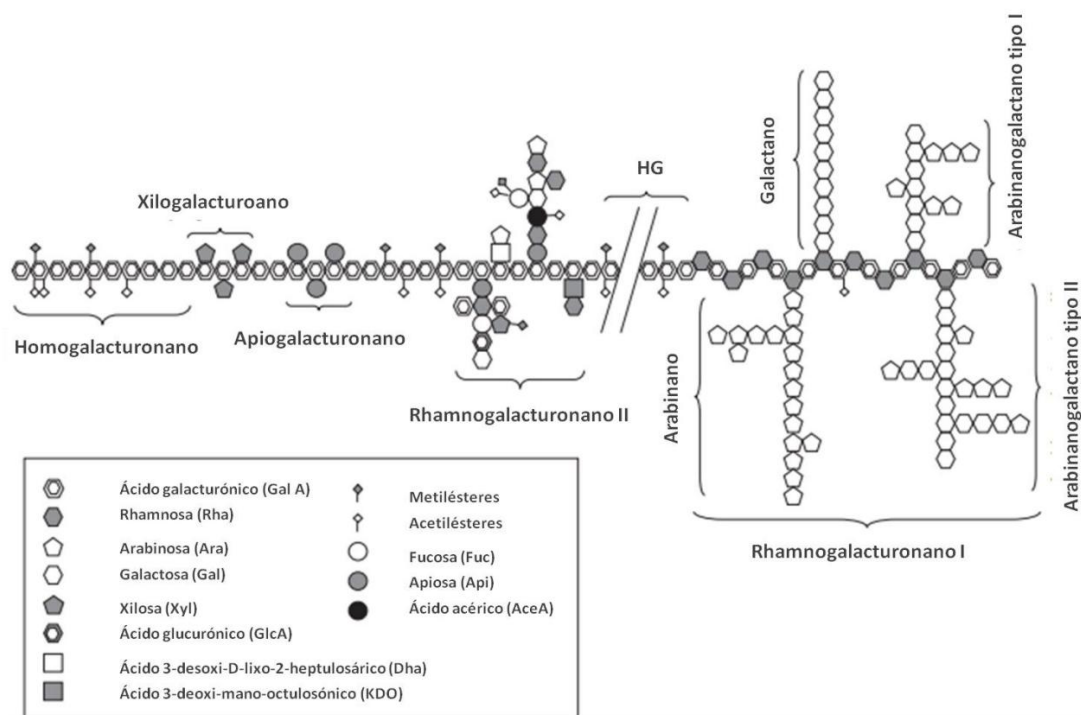
1. Definición

La pectina es un polisacárido presente en las paredes celulares de organismos pluricelulares como las plantas. Es una sustancia coloidal neutra, incolora y no cristizable. Su función principal es otorgar flexibilidad y fuerza a la pared celular de dichos organismos (Galván, Martínez, Jiménez, & Concha José, 2016; Labrador, 2016)

2. Características físicoquímicas

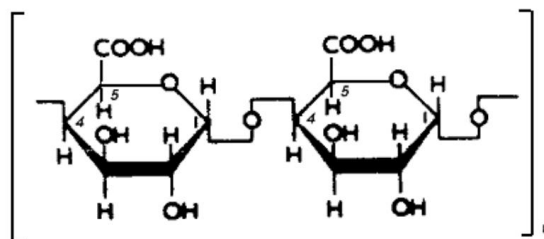
Las pectinas son heteropolisacáridos ramificados formados por polímeros lineales de ácido galacturónico. También se han definido distintos dominios para describir mejor a la estructura y sus partes principales. Entre estos se encuentran los Homogalacturonanos, Xilogalacturonanos, Apiogalacturonanos, Rhamnogalacturonano tipo I y Rhamnogalacturonano tipo II como se observa en la Figura 2. Además, las cadenas de ácidos galacturónicos están unidas en alfa 1-4 (Figura 3) (Labrador, 2016; Rodríguez, Román, 2004).

Figura 2: Estructura simplificada de una pectina



Fuente: (Labrador, 2016)

Figura 3: Estructura tridimensional con posicionamiento de pectina

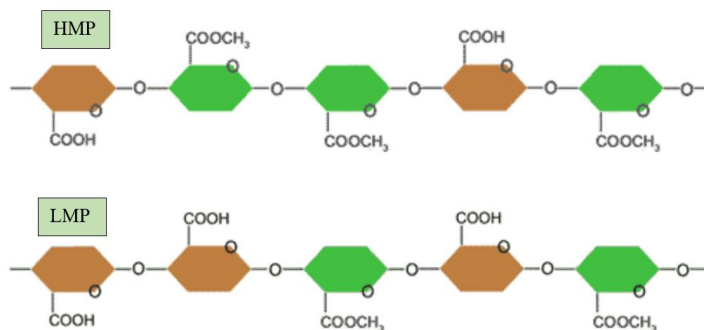


Fuente: (Rodríguez, Román, 2004)

Cuando la pectina se encuentra en solución, las cadenas de polímeros están dispersas y libres de unirse entre sí. Sin embargo, cuando se agregan iones de calcio, se produce un fenómeno conocido como gelificación o gelificación iónica. Los iones de calcio actúan como puentes entre las cadenas de pectina, formando enlaces cruzados entre las moléculas de pectina. Estos enlaces provocan que haya un aumento en la viscosidad, haciendo que esta sea más espesa, y también provoca que se forme una estructura tridimensional en forma de red que atrapa el agua y genera un gel sólido (Rodríguez, Román, 2004).

Las propiedades funcionales de las pectinas dependen de factores moleculares como lo es la masa molecular y el grado de esterificación (GE). De esta última propiedad se pueden clasificar según el porcentaje de grupos carboxilo esterificados donde si este es mayor a 50% se consideran como pectinas de alto metoxilo (HMP) y si es menor a 50% como pectinas de bajo metoxilo (LMP). El cambio estructural según el porcentaje de grupos carboxilo esterificados se puede observar en la Figura 4 (Rodríguez, Román, 2004).

Figura 4: Estructura de pectina de acuerdo con su contenido de metoxilo



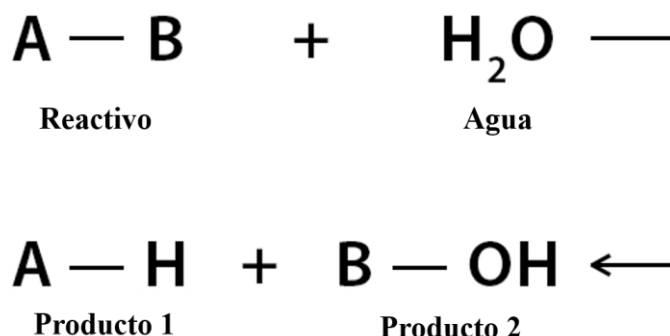
Fuente: (Rodríguez, Román, 2004).

3. Hidrólisis ácida

La hidrólisis es cualquier reacción química en la que una molécula de agua rompe uno o más enlaces químicos que existen entre una sustancia en particular. Hidrólisis se deriva de la palabra griega **hidro** que significa agua y **lisis** que se traduce como la palabra romper. El término se utiliza ampliamente para

reacciones de sustitución, eliminación y solvatación en las que el agua es el nucleófilo. La hidrólisis biológica es la ruptura de biomoléculas, donde se consume una molécula de agua para afectar la separación de una molécula más grande en componentes. Los carbohidratos se descomponen en un componente de las moléculas de azúcar mediante hidrólisis (Shaik, 2021).

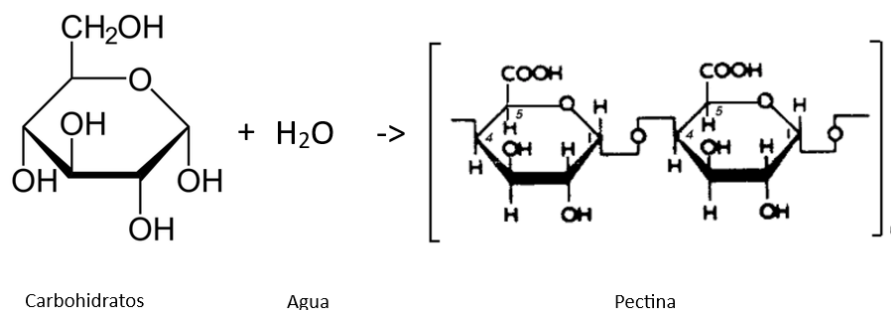
Figura 5: Reacción general de hidrólisis



Fuente: (Shaik, 2021)

Existen varios tipos de reacciones de hidrólisis. Puede ser ácida, alcalina, salina y enzimática. En el caso de la hidrólisis ácida se refiere a cuando se tiene la presencia de un ácido en la reacción. Un ejemplo de esta es la hidrólisis de un triglicérido para formar ácidos grasos y glicerol. La hidrólisis alcalina sucede en presencia de una base y un ejemplo es la saponificación de un éster para formar alcohol. La hidrólisis salina implica la reacción de ion salino con agua para formar un ácido y una especie conjugada, como lo es el caso de la hidrólisis de acetato de sodio para producir ácido acético e hidróxido de sodio. Por último, se encuentra la hidrólisis enzimática donde una enzima cataliza la ruptura de enlaces moleculares (Tatum, 2024).

Figura 6: Reacción de hidrólisis de carbohidratos para obtener pectina



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

4. Procesos de obtención

La extracción de pectina se realiza comúnmente a partir de cáscaras de frutas. Hay varios métodos de obtención de pectina a partir de cáscara/pulpa de frutas. Uno de ellos es la extracción de pectina con agua

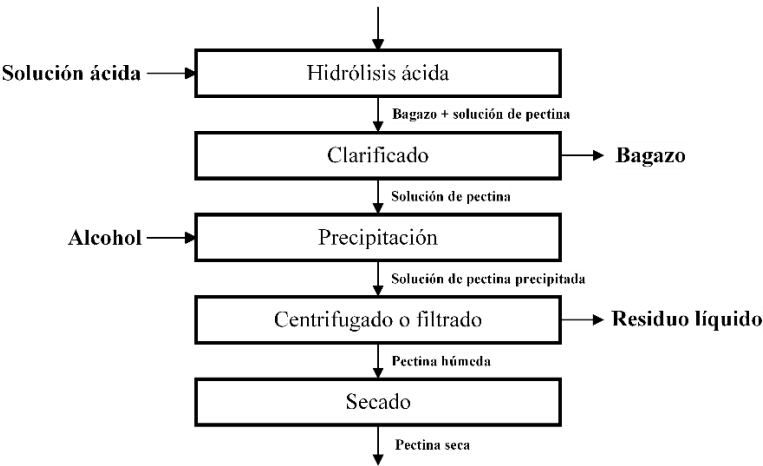
caliente. Esta implica el tratamiento de las cáscaras de frutas, previamente lavadas para eliminar impurezas, mediante un proceso de ebullición en agua. Durante este proceso, la pectina presente en las paredes celulares de las cáscaras se disuelve en el agua caliente. Tras la ebullición, la mezcla se filtra para separar las cáscaras y otros sólidos del líquido, que contiene la pectina disuelta. Posteriormente, se lleva a cabo una precipitación con alcohol, generalmente metanol, lo que provoca que la pectina se separe del líquido en forma de precipitado. Este precipitado se recoge, se lava y se seca para obtener pectina en forma de polvo, listo para su uso en diversas aplicaciones industriales o culinarias (Venkatanagaraju, Bharathi, Hema Sindhuja, Roy Chowdhury, & Sreelekha, 2020).

Otro es el método enzimático de extracción. En este las cáscaras de frutas se tratan con una solución enzimática que contiene enzimas pectinolíticas. Estas enzimas actúan descomponiendo las estructuras de las paredes celulares de las cáscaras, liberando así la pectina en el líquido. Tras la acción enzimática, la mezcla se filtra para separar los sólidos de la solución líquida, que contiene la pectina disuelta. Posteriormente, se realiza una precipitación con alcohol para obtener pectina, seguida de la separación, lavado y secado del precipitado para obtener pectina en forma de polvo (Venkatanagaraju, Bharathi, Hema Sindhuja, Roy Chowdhury, & Sreelekha, 2020).

En el método de precipitación con sales de calcio, la pectina se extrae de las cáscaras de frutas mediante un solvente como agua caliente. Posteriormente, se añade una sal de calcio, como cloruro de calcio, a la solución que contiene pectina. Esta sal de calcio reacciona con la pectina, formando geles de pectina que precipitan fuera de la solución. Estos geles de pectina se recogen y se someten a un proceso de deshidratación para obtener pectina en forma de gel (Venkatanagaraju, Bharathi, Hema Sindhuja, Roy Chowdhury, & Sreelekha, 2020).

El método más común para la extracción de pectina es el método de extracción ácida (Figura 7), el cual implica el tratamiento de las cáscaras de frutas con una solución ácida y se realiza a través de una reacción de hidrólisis. Esta solución ácida descompone las paredes celulares de las cáscaras, liberando la pectina en el líquido. La clarificación es el segundo paso en la extracción donde el objetivo principal es separar los residuos sólidos obtenidos después de la hidrólisis ácida de la mezcla acuosa. Después es necesario llevar a cabo una precipitación utilizando un alcohol, el más utilizado siendo el etanol, para que la pectina se sedimente dentro de la solución. Por medio de una centrifugación es posible separar el precipitado (pectina) del resto de la mezcla. Por último, con fines de purificación del producto se lleva a cabo una etapa de secado para remover cualquier residuo de mezcla líquida que afecten las mediciones a obtener (Venkatanagaraju, Bharathi, Hema Sindhuja, Roy Chowdhury, & Sreelekha, 2020).

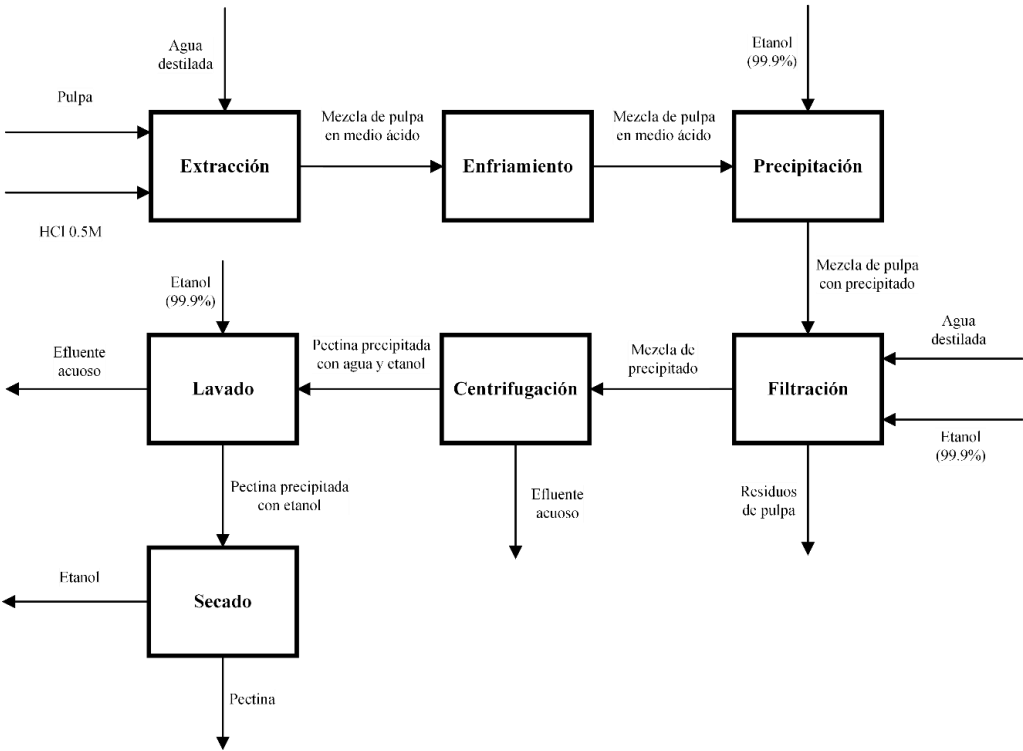
Figura 7: Proceso de obtención de pectina



Fuente: Adaptado de (Venkatanagaraju, Bharathi, Hema Sindhuja, Roy Chowdhury, & Sreelekha, 2020).

El proceso puede ser representando mediante un balance de masa en un diagrama de bloques donde se incluyen etapas más específicas del proceso de su extracción. Al igual que sus respectivas entradas y salidas.

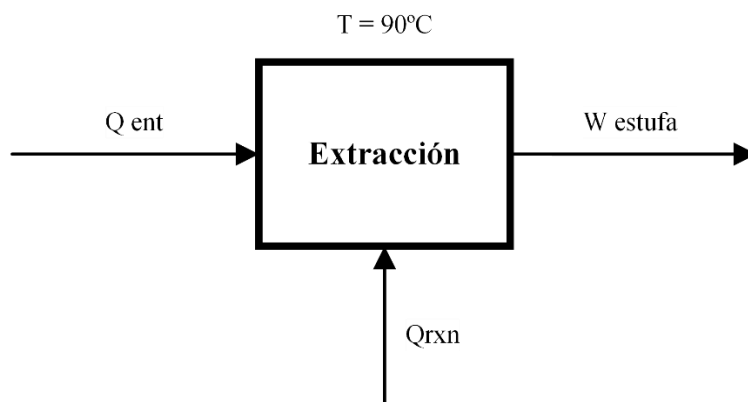
Figura 8: Balance de masa ideal del proceso de extracción de pectina



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

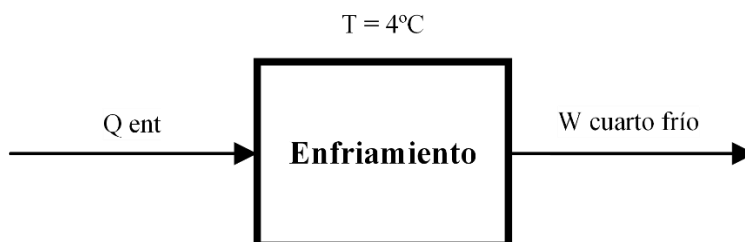
En el caso de los balances de energía ideales se puede generalizar en 3 principales, un balance para la operación de extracción donde sucede la hidrólisis química, otro balance para cualquier etapa de enfriamiento y un último para cualquier etapa de secado / calentamiento. Estos se enseñan a continuación:

Figura 9: Balance de energía ideal de la extracción de pectina



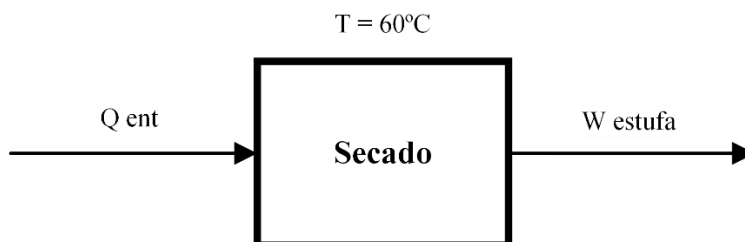
Fuente: (Elaboración propia, 2023)

Figura 10: Balance de energía ideal del enfriamiento de la mezcla de pulpa en medio ácido



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

Figura 11: Balance de energía ideal del secado de pectina precipitada con etanol



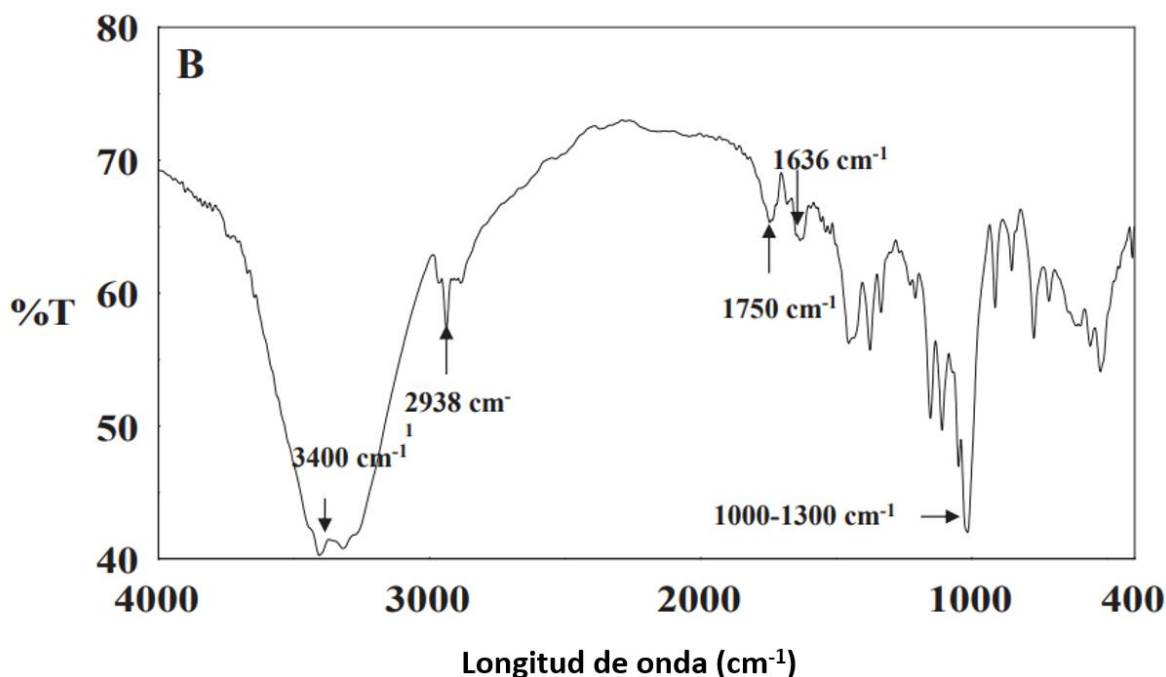
Fuente: (Elaboración propia, 2023)

5. Parámetros de medición de calidad

De los parámetros fundamentales para la determinación de la calidad de un producto es la pureza. La pureza de la pectina se obtiene a partir del contenido de ácido anhidrourónico. Según la FAO y FDA este porcentaje tiene establecido un valor mínimo de 65%, mientras que según la United States Pharmacopeial Convention (USP) el porcentaje debe ser mayor a 74% (Labrador, 2016).

Otro parámetro relevante para la caracterización de pectina es el grado de esterificación (GE). Este se define matemáticamente como el número de grupos carboxilo esterificados entre el número total de grupos carboxilo multiplicado por 100. Altos porcentajes de GE (clasificación HMP) indican buenas propiedades de gelificación donde son térmicamente estables. El GE generalmente se determina a partir del consumo de base en el proceso de hidrólisis alcalina y una valoración. Estos 3 parámetros son los más relevantes para la caracterización de pectina debido a que se asocian universalmente a la calidad/pureza del producto, no obstante otro parámetro importante es el pH de la pectina debido a que esta influye en las posibles aplicaciones de la misma. Además, otro parámetro común para su caracterización es el análisis mediante un espectro IR (Güzel, Akpınar, 2019)

Figura 12: Espectro IR de pectina comercial



Fuente: (Güzel, Akpınar, 2019)

Los espectros IR en la región entre 400 y 1500 cm^{-1} se consideran esenciales para los carbohidratos debido a que permite la identificación de los principales grupos funcionales específicos de polisacáridos particulares. La banda de absorción en 1600 a 1700 cm^{-1} se le atribuye a los grupos éster carbonilos (C=O), mientras que el pico en el área de 3400 cm^{-1} es el resultado de los grupos hidroxilo (O-H) presentes en la

estructura molecular de la pectina y la alta transmitancia indica la presencia de una cadena larga de componentes poli-hidroxilos. El pico en 2938 cm^{-1} representa a los enlaces $-\text{CH}$, $-\text{CH}_2$ y $-\text{CH}_3$ de los ésteres metílicos del ácido galacturónico. Al doblarse o estirarse los grupos C-O se obtienen las bandas de absorción de 1000 a 1300 cm^{-1} . El espectro IR presenta muchas similitudes con respecto al espectro de una pectina comercial (Figura 10) y cumple con los principales grupos característicos presentes en la estructura molecular de la pectina (Güzel, Akpinar, 2019).

6. Aplicaciones

La pectina es un estabilizador versátil. Eso y sus propiedades gelificantes y espesantes hacen que sea muy utilizado en la industria alimentaria para la producción de varios alimentos preparados entre los cuales destacan las jaleas, mermeladas, pan, rellenos, coberturas, y productos lácteos como lo es el yogurt. Debido a que es aditivo alimenticio está regulado por distintos entes internacionales. Además, en la industria alimentaria se utiliza como espesante para la mayonesa, precipitación de caseína en la leche y preparación de jugos. En la industria farmacéutica se ha implementado el uso de la pectina como coagulante sanguíneo, emulsificante, antídoto para intoxicaciones de metales pesados, agente suspensor y en cosméticos. (Labrador, 2016; Rodríguez, Román, 2004).

C. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

1. Formulación de hipótesis

En cualquier tipo de prueba de hipótesis se deben establecer dos tipos de hipótesis la nula y la alternativa. La hipótesis nula (H_0) se plantea según un supuesto tentativo que se tenga acerca de un parámetro poblacional usualmente siendo la media poblacional. Por el otro lado, la hipótesis alternativa (H_a) contradice completamente lo que dice H_0 . Para la formulación de hipótesis en ocasiones es más fácil identificar H_a para desarrollar H_0 , mientras que en otras es más sencillo identificar H_0 para luego desarrollar H_a . Sin embargo, una regla común es basarse en el signo de comparación para cada hipótesis. La hipótesis siempre incluye el valor al que se está comparando por lo tanto H_0 tendrá típicamente los signos de comparación de $=$, $\leq$ o $\geq$. En el caso de H_a tendrá el signo contrario, siguiendo el orden de los símbolos sería $\neq$, $>$, y $<$ respectivamente (Anderson, Sweeney, Williams, 2012).

2. Tipos de pruebas

Existen pruebas de una cola y pruebas de dos colas. La elección de cada una depende si del planteamiento de las hipótesis. Las pruebas de una cola pueden ser prueba de cola inferior o prueba de cola superior (Anderson, Sweeney, Williams, 2012).

Figura 13: Planteamiento de hipótesis para pruebas de una cola

Prueba de cola inferior (o izquierda)	Prueba de cola superior (o derecha)
$H_0: \mu \geq \mu_0$ $H_a: \mu < \mu_0$	$H_0: \mu \leq \mu_0$ $H_a: \mu > \mu_0$

Fuente: (Anderson, Sweeney, Williams, 2012)

Las pruebas de dos colas solamente existen de un tipo y es cuando se igualan las medias poblacionales en el planteamiento de las hipótesis de la siguiente manera:

Figura 14: Planteamiento de hipótesis para pruebas de dos colas

$H_0: \mu = \mu_0$ $H_a: \mu \neq \mu_0$

Fuente: (Anderson, Sweeney, Williams, 2012)

3. Procedimiento de rechazo de hipótesis

Para poder rechazar una hipótesis nula es primero necesario obtener un estadístico de prueba. Este dependerá de la prueba que se está realizando. Se utiliza la media, desviación estándar y el número de datos en la muestra para determinar el estadístico de prueba y se refiere a él típicamente como t o z . Además, para llegar a una conclusión de las hipótesis es necesario definir una significancia (α) en la prueba. Es comúnmente bien aceptado y recibido utilizar la significancia de 0.05 pero también es posible utilizar cualquier otro valor. En el siguiente cuadro se resumen los estadísticos de prueba y criterios de rechazo por tipo de prueba:

Figura 15: Resumen de estadístico de prueba y reglas de rechazo para las diferentes pruebas

	Prueba de cola inferior	Prueba de cola superior	Prueba de dos colas
Hipótesis	$H_0: \mu \geq \mu_0$ $H_a: \mu < \mu_0$	$H_0: \mu \leq \mu_0$ $H_a: \mu > \mu_0$	$H_0: \mu = \mu_0$ $H_a: \mu \neq \mu_0$
Estadístico de prueba	$t = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s/\sqrt{n}}$	$z = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s/\sqrt{n}}$	$z = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s/\sqrt{n}}$
Regla de rechazo: método del valor-p	Rechazar H_0 si el valor- $p \leq \alpha$	Rechazar H_0 si el valor- $p \leq \alpha$	Rechazar H_0 si el valor- $p \leq \alpha$
Regla de rechazo: método del valor crítico	Rechazar H_0 si $t \leq -t_\alpha$	Rechazar H_0 si $t \geq t_\alpha$	Rechazar H_0 si $t \leq -t_{\alpha/2}$ o si $t \geq t_{\alpha/2}$

Fuente: (Anderson, Sweeney, Williams, 2012)

V. ANTECEDENTES

El primer trabajo evaluado fue hecho por Carlos Meñaca, Richard Ceron y Javier Marino (2010) y se titula “Evaluación de la calidad de las pectinas cítricas obtenidas a partir de las cáscaras de naranja, de las variedades valencia y común, en estado de maduración grado cinco (5)”. En esta investigación se tenía como objetivo evaluar la calidad de la pectina cítrica obtenida a partir de cáscara de naranja de variedad valencia y común. Para su obtención se realizó una hidrólisis ácida y se efectuaron análisis a nivel laboratorio.

El trabajo de investigación describe detalladamente las propiedades, características y, conceptos tanto de la pectina como de su principal materia prima que es la cáscara de naranja. Asimismo, realiza una comparación entre las dos materias primas la cáscara variedad valencia y la cáscara variedad común para poder concluir acerca de qué materia prima es mejor para la extracción de pectina. En esta también se incluyen la descripción legal de tanto el producto a obtener como la de la materia prima utilizada (Meñaca, Farid, Marino, 2010).

Se concluyó que la pectina obtenida a partir de la cáscara de variedad Valencia poseía un mayor grado de esterificación, ácido galacturónico y porcentaje de metoxilo en comparación a la cáscara de variedad común. También se determinó que la pectina de variedad Valencia era de alto grado de metoxilo y que la pectina de variedad común era de bajo grado de metoxilo (Meñaca, Farid, Marino, 2010).

Recabar información sobre la metodología acerca de la extracción de pectina era sumamente importante. Para esto se recurrió a “Extracción de pectina de residuos de cáscara de naranja por hidrólisis ácida asistida por microondas (hmo)” por Vanesa Zegada (2015). En esta investigación se tenía como fin era obtener y caracterizar la pectina a partir de cáscara de naranja y comparar un método de extracción convencional con uno a partir de microondas.

Vanesa describe los pasos específicos para llevar a cabo la extracción de pectina junto con un diagrama de bloques del proceso general. Además, da una breve descripción sobre las pectinas y su clasificación. Además, explica las principales diferencias entre ambos el método convencional de extracción y el método utilizando microondas (Zegada, 2015).

Se demostró que el método de extracción por microondas hace posible un ahorro de energía y un tiempo de extracción más corto en comparación al método convencional. También se determinó que el punto óptimo de pH en la extracción era de 2.17 debido a que en este se maximiza el rendimiento del producto (Zegada, 2015).

VI. METODOLOGÍA

A. CARACTERIZACIÓN DE PULPA

1. Determinación de densidad de bulto
 - a. Tarar una probeta de 1L.
 - b. Añadir a la probeta de 1L la pulpa hasta llegar a 200mL.
 - c. Pesar pulpa con la probeta y sacar la diferencia de masa.
2. Determinación de humedad
 - a. Añadir 2g de una muestra de pulpa a un crisol.
 - b. Precalentar un horno a 105°C.
 - c. Agregar el crisol con la muestra al horno durante 4h.
 - d. Extraer el crisol con la muestra y dejar que se enfríe a temperatura ambiente dentro de un desecador.
 - e. Pesar el crisol con la muestra.
3. Determinación de contenido de carbohidratos
 - a. Pesar 200g de pulpa de café.
 - b. Secar a 100°C durante 3h en la mufla.
 - c. Triturar utilizando una licuadora.
 - d. Hidrolizar 47.4g de polvo de pulpa seca en medio ácido utilizando H_2SO_4 al 8% en solución a 100°C durante 4h.
 - e. Dejar enfriar a temperatura ambiente.
 - f. Almacenar en cuarto frío a 4°C.
 - g. Agregar 0.5mL de la solución y 1mL del reactivo de benedict (943mM carbonato de sodio, 670mM citrato de sodio y 217mM de sulfato de cobre).
 - h. Centrifugar a 4000rpm por 2min.
 - i. Diluir 1:5 el sobrenadante obtenido a partir de la centrifugación.
 - j. Leer la absorbancia a 740nm.

B. EXTRACCIÓN Y PURIFICACIÓN DE PECTINA

1. Obtención de extracto de pectina
 - a. Pesar 50g de pulpa y añadir a un Erlenmeyer de 500mL.
 - b. Agregar agua destilada hasta alcanzar una relación líquido-sólido de 7mL/g.
 - c. Agregar HCl concentrado a la mezcla hasta alcanzar el valor de pH correspondiente (pH 2, pH 3 y pH 4).
 - d. Colocar el frasco en estufa y agitar con un agitador magnético hasta alcanzar los 90°C durante 60min.
 - e. Dejar enfriar a temperatura ambiente la mezcla.
 - f. Almacenar en frío la mezcla.

2. Precipitación y purificación de pectina

- a. Mezclar el extracto de pectina con 1 volumen de etanol absoluto para llegar a una relación 1:1 con la solución.
- b. Dejar sedimentar el precipitado a 4°C durante 24 horas.
- c. Remover los sólidos grandes (pulpa) por medio de filtración y hacer lavados con agua destilada y etanol puro.
- d. Centrifugar a 3800 min^{-1} durante 20 minutos.
- e. Lavar el sólido con el etanol al 75% (v/v) y luego con etanol absoluto en sistema de filtración al vacío
- f. Secar el sólido con una estufa a 60°C durante 15min.
- g. Enfriar a temperatura ambiente.

C. CARACTERIZACIÓN DE PECTINA

1. Determinación de grado de esterificación

- a. Humedecer con etanol 0.2g de pectina seca.
- b. Disolver la pectina humedecida en 20mL de agua destilada.
- c. Añadir 3 gotas de fenolftaleína a la muestra.
- d. Titular la muestra usando NaOH 0.1N hasta llegar a un color rosado pálido y anotar el volumen utilizado.
- e. Añadir 10mL de NaOH 0.1N y mezclar bien mediante una agitación en un balón de aforo.
- f. Dejar en reposo durante 2h a temperatura ambiente.
- g. Añadir 10mL de HCl 0.1N y agitar hasta que el color rosado desaparezca de la muestra.
- h. Añadir 3 gotas de fenolftaleína.
- i. Titular utilizando NaOH 0.1N y anotar el volumen total.

2. Determinación de contenido de metoxilo

- a. Pesar una muestra de 0.5g de pectina en un Erlenmeyer de 250mL.
- b. Humedecer la pectina con 5mL de etanol puro.
- c. Añadir 1g de cloruro de sodio y 100mL de agua destilada.
- d. Añadir 6 gotas de fenolftaleína.
- e. Titular utilizando NaOH 0.1N.
- f. Añadir 25mL de NaOH 0.25N a la solución neutralizada obtenida en la determinación del contenido de peso equivalente.
- g. Agitar la solución y mantener por 30min a temperatura ambiente en recipiente con tapón.
- h. Añadir 25mL de HCl 0.25N.
- i. Titular con NaOH 0.1N y anotar el volumen utilizado.

3. Determinación de contenido de ácido anhidrourónico

- a. Obtener el contenido de ácido anhidrourónico con el cálculo 9.

4. Determinación de contenido de ceniza

- a. Añadir una muestra de 1g de pectina al reactor.
- b. Introducir el reactor a la mufla y sellar la mufla.
- c. Calentar a 550°C durante 4h.
- d. Dejar enfriar la mufla a temperatura ambiente
- e. Extraer los residuos sólidos dentro del reactor y pesar la muestra nuevamente.

VII. RESULTADOS

Cuadro 1: Media de humedad, densidad de bulto y contenido de carbohidratos en la pulpa de café

Parámetro	Media
Humedad (%)	74.42 ± 0.07
Densidad de bulto (kg/m^3)	346.89 ± 2.08
Contenido de carbohidratos (%)	47.83 ± 2.14

- El contenido de carbohidratos es en base seca. Se utilizó el cálculo 16 para obtener los datos.

Cuadro 2: Media de rendimiento según el pH utilizado en la extracción

pH	Media de rendimiento (%)
4	2.72 ± 0.204
3	4.31 ± 0.204
2	6.58 ± 0.217

- Se utilizó el cálculo 16 para obtener los datos. Los valores de pH elegidos para la metodología fueron basados en la literatura.

Cuadro 3: Hipótesis, valor-p y conclusión sobre las medias de rendimiento según el pH de la extracción

Hipótesis	Valor-p	Conclusión
$H_0 : \mu_{\text{pH } 4} = \mu_{\text{pH } 3}$ $H_a : \mu_{\text{pH } 4} \neq \mu_{\text{pH } 3}$	0.045	Se rechaza H_0
$H_0 : \mu_{\text{pH } 4} = \mu_{\text{pH } 2}$ $H_a : \mu_{\text{pH } 4} \neq \mu_{\text{pH } 2}$	0.003	Se rechaza H_0
$H_0 : \mu_{\text{pH } 3} = \mu_{\text{pH } 2}$ $H_a : \mu_{\text{pH } 3} \neq \mu_{\text{pH } 2}$	0.005	Se rechaza H_0

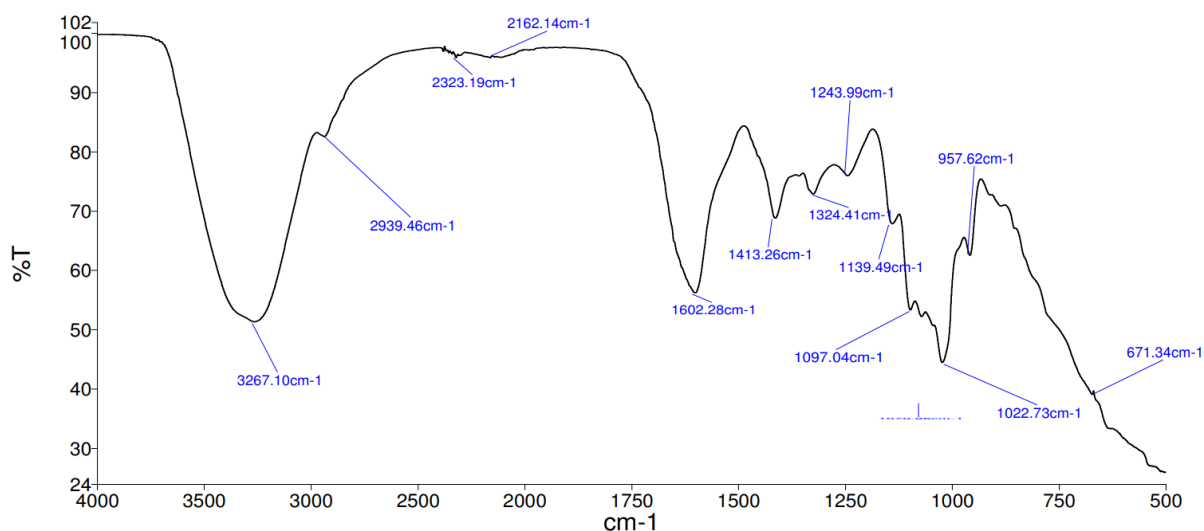
- Para la prueba de hipótesis se utilizó el programa Excel. Se utilizó una prueba t de dos colas y el criterio de rechazo fue $\text{valor-p} \leq \text{significancia}$. La significancia utilizada fue de 0.05.

Cuadro 4: Media de contenido de ácido anhidrourónico, grado de esterificación, contenido de ceniza para la pectina obtenida y una pectina comercial

Parámetro	Pectina obtenida	Pectina comercial
Contenido ácido anhidrourónico (%)	31.07 ± 5.79	>65
Grado de esterificación (%)	49.92 ± 3.32	28-36
Ceniza (%)	3.33 ± 0.01	<5

- Para la obtención de la media se utilizó Excel. La pectina comercial utilizada para la comparación la K1305 de FOODCHEM, con CAS No. 9000-69-5.

Figura 16: Espectro IR de pectina obtenida



- Para la obtención del espectro IR se utilizó un espectrofotómetro IR PerkinElmer Spectrum.

VIII. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En el Cuadro 1 se puede observar la media de la humedad, densidad de bulto y contenido de carbohidratos en la pulpa utilizada para la obtención de pectina. Para la media de humedad se obtuvo $74.42 \pm 0.07 \%$ que al comparar con la teoría se encuentra dentro del rango del contenido de humedad encontrado generalmente de 67.61 a 79.49%. Esta humedad es común debido a la etapa del proceso de donde se toma la pulpa que es justo antes del secado. El contenido de humedad puede afectar directamente en la obtención de pectina, debido a que esta última es un polisacárido soluble en agua, lo cual implica que es propenso a perderse en contenidos altos de humedad. En el caso de la densidad de bulto se obtuvo una media de $346.89 \pm 2.08 \text{ kg/m}^3$. Una pulpa de café con una alta densidad de bulto puede contener más pectina por unidad de volumen, lo que podría facilitar su extracción. Además de esto, el rango típico para la densidad de bulto es de 300 a 400 kg/m^3 por lo que entra en rango conocido. El contenido de carbohidratos en la pulpa fue de $47.83 \pm 2.14\%$ en base seca. Este afecta directamente en la extracción de la pectina puesto a que esta es un carbohidrato. Mientras más contenido de carbohidratos totales contenga la pulpa, mayor será la probabilidad de obtener pectina de esta. Este porcentaje entra el rango teórico encontrado en la literatura de 44% - 50% de contenido de carbohidratos en la pulpa de café.

Se buscaba primero comprobar si el efecto del cambio del pH en el proceso de extracción de pectina afectaba en el rendimiento final. Para esto se realizó una prueba estadística de medias y comprobar si la diferencia entre cada pH era significativa. En el Cuadro 3 se observan las hipótesis planteadas, el valor-p obtenido, y la conclusión. Para la comparación de medias poblacionales de pH 4 y pH 3 se concluyó que se rechaza la hipótesis nula por lo que cambiar entre un pH 4 y un pH 3 si tiene efectos significativos en el rendimiento de extracción de pectina. Para la comparación de medias poblacionales de pH 4 y pH 2 se concluyó que se rechaza la hipótesis nula por lo que cambiar entre un pH 4 y un pH 2 si tiene efectos significativos en el rendimiento de extracción de pectina. Para la comparación de medias poblacionales de pH 3 y pH 2 se concluyó que se rechaza la hipótesis nula por lo que cambiar entre un pH 3 y un pH 2 si tiene efectos significativos en el rendimiento de extracción de pectina. Además, el rendimiento máximo de extracción fue en pH 2 con una media de 6.58% (Cuadro 2) por lo que estadísticamente es posible concluir que el rendimiento aumenta conforme el pH disminuye. Este comportamiento se puede explicar teóricamente a través de varios conceptos como el efecto de la solubilidad, la desnaturalización de proteínas y enlaces iónicos.

En el Cuadro 4 se puede observar la media de contenido de ácido anhidrouónico, grado de esterificación y contenido de ceniza para la pectina obtenida y aparte los rangos estandarizados para una pectina comercial. El contenido de ácido anhidrouónico (AUA) fue de $31.07 \pm 5.79\%$ que al comparar con el rango de la pectina comercial (>65%) se determinó que no entraba entre los parámetros admisibles. El porcentaje bajo de AUA se pudo deber a impurezas presentes en la pectina extraída. Debido a que la materia prima utilizada fue la pulpa de café, ésta al someterse a la agitación (necesaria para llevar a cabo la hidrólisis ácida) podía desprender filamentos de pulpa de menor tamaño en comparación a la pulpa en su totalidad. En la purificación de la pectina

es posible que se hayan escapado algunos de los filamentos de tamaño reducido y que estos a su vez afectaran en el contenido de AUA. Entre las posibles impurezas se pueden encontrar proteínas, almidones o azúcares.

Para el grado de esterificación (GE) se obtuvo un $49.92 \pm 3.32\%$. Este parámetro es un factor determinante en la formación de geles. Al compararla con la pectina comercial de bajo metoxilo se determinó que no entraba en los parámetros comunes entre 28% y 36%, sin embargo, se clasifica como una pectina de bajo metoxilo por tener un GE menor a 50%. Este tipo de pectina es capaz de formar un gel termo-irreversible que incluso cuando se calienta a temperaturas más altas permanecerá gelificado. También se utiliza en la producción de mermeladas bajas en azúcar porque gelifica en ausencia de azúcar. En el contenido de ceniza se obtuvo un $3.33 \pm 0.01\%$. Este está dentro del rango común de pectina comercial menor a 5%.

En la Figura 14 se puede observar el espectro IR de la pectina obtenida. Los espectros IR en la región entre 400 y 1500 cm^{-1} se consideran esenciales para los carbohidratos debido a que permite la identificación de los principales grupos funcionales específicos de polisacáridos particulares. La banda de absorción en 1602.28 cm^{-1} se le atribuye a los grupos éster carbonilos (C=O), mientras que el pico en 3267.1 cm^{-1} es el resultado de los grupos hidroxilo (O-H) presentes en la estructura molecular de la pectina y la alta transmitancia indica la presencia de una cadena larga de componentes poli-hidroxilos. El pico en 2939.46 cm^{-1} representa a los enlaces -CH, -CH₂ y -CH₃ de los ésteres metílicos del ácido galacturónico. Al doblarse o estirarse los grupos C-O se obtienen las bandas de absorción de 1015 a 1100 cm^{-1} . El espectro IR presenta muchas similitudes con respecto al espectro de una pectina comercial (Figura 10) y cumple con los principales grupos característicos presentes en la estructura molecular de la pectina.

Al realizar un análisis del proceso llevado a cabo se observó que se obtuvieron altas cantidades de residuos tanto en forma acuosa como sólida. En el caso del efluente acuoso principalmente está conformado para altas cantidades de etanol diluido junto con cantidades mínimas de ácido clorhídrico. En el caso de la solución acidificada es necesario llevar a cabo una neutralización para garantizar que no afecte su desecho en drenajes, mientras que la solución con etanol es posible circularlo en un sistema de destilación para lograr recuperar cierto porcentaje de este. Para los residuos sólidos provenientes de la pulpa ya hidrolizada es vital que se evalúe su utilización para otro objetivo debido a que este aun posee un contenido de carbohidratos, fibra, proteína y grasas. La posibilidad de adición de un pretratamiento en el proceso es posible, en este caso un pretratamiento es la digestión previa de la pulpa café la cual podría afectar en la pectina obtenida. Sin embargo, para concluir acerca de los posibles efectos de una digestión previa sería necesario llevar a cabo dicha experimentación.

IX. CONCLUSIONES

- La pulpa de café utilizada para la obtención de pectina tiene una humedad promedio del 74.42 ± 0.07 %, una densidad de bulto promedio de 346.89 ± 2.08 kg/m³, y un contenido de carbohidratos promedio de 47.83 ± 2.14 % dentro de los rangos típicos de esta materia prima.
- La media de rendimiento para la extracción a pH 4, pH 3 y pH 2 fue 2.72 ± 0.20 %, 4.31 ± 0.20 %, % y 6.58 ± 0.22 % respectivamente demostrando una tendencia en donde a menor pH mayor será el rendimiento de la extracción de pectina. Además, la variación de pH en la extracción de pectina tiene efectos significativos en el rendimiento debido a que en la comparación de todas las medias poblacionales se rechazó la hipótesis nula con un valor- $p \leq 0.05$.
- El contenido de ácido anhidrouónico (31.07 ± 5.79 %) y grado de esterificación (49.92 ± 3.32 %) ambos están fuera de los rangos comunes de una pectina comercial lo cual se pudo deber a impurezas dentro de la pectina, mientras que el contenido de ceniza (3.33 ± 0.01 %) está dentro del rango de una pectina comercial. Asimismo, la pectina se clasifica como una pectina de bajo metoxilo y cumple con los principales grupos característicos presentes en la estructura molecular de la pectina en un análisis del espectro IR.

X. RECOMENDACIONES

- Darle seguimiento al presente trabajo para brindar un análisis económico de todo el proceso de extracción y purificación de pectina a partir de pulpa de café, dándole un enfoque a la rentabilidad de este.
- Comparar otros métodos de extracción como hidrólisis enzimática o precipitación con sales de calcio para ver como el rendimiento de obtención de pectina se ve afectado.
- Determinar las aplicaciones específicas de la pectina obtenida de la pulpa de café llevando a cabo pruebas de gelificación y la obtención del pH.
- Proponer un escalamiento de este proceso de extracción y purificación de pectina a un ingenio cafetalero al igual que el diseño y dimensionamiento de cada equipo de trabajo para lograr una buena relación costo-beneficio.
- Proponer un proceso de recuperación de etanol y reutilización de la pulpa hidrolizada para el aprovechamiento de los componentes restantes, como por ejemplo proteínas y grasas, y así aportar a la reducción de residuos en el proceso de obtención de pectina.

XI. REFERENCIAS

- Anderson, D; Sweeney, D; Williams, T. (2012). *Estadística para negocios y economía*. 11a. Edición. México.
- Galván Iván, A., Martínez, C., Sarai, C., Jiménez, C., & Concha José, C. (2016). *Determinación De Pectina Total (Acido Galacturónico) En Pepino De Tipo Holandes*. 1(1), 348–352. Extraído de: <http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume1/1/3/59.pdf>
- Gómez, S. (2019). *Subproductos del café: valor agregado para el negocio*. Extraído de: <https://quecafe.info/usos-alternativos-subproductos-cafe/>.
- Güzel, M & Akpinar, O. (2019). *Valorisation of fruit by-products: Production characterization of pectins from fruit peels*. ResearchGate; Elsevier BV. https://www.researchgate.net/publication/333866918_Valorisation_of_fruit_by-products_Production_characterization_of_pectins_from_fruit_peels
- Gosh, I; Ephraim, T; Mashau, M & Obiefuna, A. (2021). *Physicochemical properties of South African prickly pear fruit and peel: Extraction and characterisation of pectin from the peel*. Open Agriculture, 6(1), 178–191. <https://doi.org/10.1515/opag-2021-0216>
- Hasanah et al. (2019). *Isolation of Pectin from coffee pulp Arabica Gayo for the development of matrices membrane*. Mater. Sci. Eng. 523 012014. Extraído de: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/523/1/012014>
- Hernández-López, A., Sánchez Félix, D. A., Zuñiga Sierra, Z., García Bravo, I., Dinkova, T. D., & Avila-Alejandre, A. X. (2020). Quantification of Reducing Sugars Based on the Qualitative Technique of Benedict. ACS Omega, 5(50), 32403–32410. Extraído de: <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c04467>
- Labrador, A. (2016). *Caracterización de pectinas industriales de cítricos y su aplicación como recubrimientos de fresas*. Universidad Autónoma de Madrid.
- Mawaddah, M; Setiawan, A; Zulnazri, Z; Permata, A; Khan, N & Jain, V. (2022). *Hydrolysis of coffee pulp as raw material for bioethanol production: sulfuric acid variations*. Journal of Renewable Energy, Electrical, and Computer Engineering, 2(1), 1–1. <https://doi.org/10.29103/jreece.v2i1.6382>
- Meñaca, C; Farid, R; Marina, J. (2010). *Evaluacion de la calidad de las pectinas cítricas obtenidas a partir de las cáscaras de naranja, de las variedades valencia y común, en estado de maduración grado cinco (5)*. Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD. Colombia.

- Mindarti, S; Zalizar, L; Damat, Saati, E & Fajriani, S. (2020). *Characterization of fiber fraction, physical and chemical properties of coffee flour (Coffea sp.) as functional foodstuff for diabetes mellitus patient*. IOP Conference Series, 462(1), 012017–012017. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/462/1/012017>
- Rodríguez, K; Román, A. (2004). *Extracción y evaluación de pectina a partir de lacáscara de naranja de las variedades citrus sinensis y citrus paradisi y propuesta de diseño de planta piloto para su producción*. Universidad de El Salvador. Extraído de: <https://ri.ues.edu.sv/id/eprint/5623/1/10127872.pdf>
- Salazar, N., Acuña, S., & de Salcedo, G. (2022). Composición química de la pulpa de café a diferentes tiempos de ensilaje para su uso potencial en la alimentación animal. *Zootecnia Tropical*, 27(2), 135–141. Extraído de: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-72692009000200004
- Serna-Jiménez, J. A., Torres-Valenzuela, L. S., Martínez Cortínez, K., & Hernández Sandoval, M. C. (2018). *Aprovechamiento de la pulpa de café como alternativa de valorización de subproductos*. Revista Ion. Investigación, Optimización Y Nuevos Procesos En Ingeniería, 31(1), 37–42.
- Shaik, N. (2021). Hydrolysis reaction. Extraído de: <https://www.toppr.com/guides/chemistry/biomolecule/hydrolysis/>
- Tatum, R. (2024). *Hydrolysis: Definition, Reaction, Equation & Example*. Extraído de: <https://study.com/academy/lesson/hydrolysis-definition-reaction-equation-example.html#:~:text=%20There%20are%20three%20types%20of,to%20drive%20the%20hydrolysis%20reaction.>
- Tiwari, A., Samarendra, N., Saha, V., Yadav, K., Upadhyay, D., Katiyar, T., & Mishra. (2017). *Extraction and Characterization of Pectin from Orange Peels*. *International Journal of Biotechnology and Biochemistry*, 13(1), 39–47. https://www.ripublication.com/ijbb17/ijbbv13n1_06.pdf
- Urbaneja, G., Ferrer, J., Páez, G., Lilia Carbajal Arenas, & Colina, G. (1996). *Acid hydrolysis and carbohydrates characterization of coffee pulp*. *Renewable Energy*, 9(1-4), 1041–1044. [https://doi.org/10.1016/0960-1481\(96\)88458-8](https://doi.org/10.1016/0960-1481(96)88458-8)
- Venkatanagaraju, E., Bharathi, N., Hema Sindhuja, R., Roy Chowdhury, R., & Sreelekha, Y. (2020). Extraction and Purification of Pectin from Agro-Industrial Wastes. *Pectins - Extraction, Purification, Characterization and Applications*. Extraído de: <https://doi.org/10.5772/intechopen.85585>

Zegada, V. (2015). *Extracción De Pectina De Residuos De Cáscara De Naranja Por Hidrólisis Ácida Asistida Por Microondas (Hmo)*. Investigación & Desarrollo, 1(15), 65–76. Extraído de: http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2518-44312015000100007

XII. ANEXOS

A. DATOS ORIGINALES

Cuadro 5: Datos de las 3 corridas de la medición de densidad de bulto

Corrida	Masa $\pm 0.05\text{g}$	Volumen $\pm 0.5\text{mL}$
1	51.4	150
2	52.3	150
3	53.1	152

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza marca Ohaus y una probeta de 250mL marca Normax.

Cuadro 6: Datos de las 3 corridas de la medición de humedad

Corrida	Masa inicial $\pm 0.05\text{g}$	Masa final $\pm 0.05\text{g}$
1	2.01	0.513
2	1.995	0.525
3	2.015	0.502

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza marca Ohaus.

Cuadro 7: Datos del secado de pulpa

Componente	Masa $\pm 0.05\text{g}$
Pulpa húmeda	200
Pulpa seca	47.4

- Estos datos se utilizaron posteriormente para la determinación del contenido de carbohidratos en la materia prima. Para la medición de la masa se utilizó una balanza marca Ohaus.

Cuadro 8: Datos de la hidrólisis de pulpa con ácido sulfúrico

Componente	Cantidad	Unidad
Pulpa seca	47.4 ± 0.05	g
Agua	576 ± 1.0	mL
Ácido sulfúrico	24 ± 0.05	mL

- Estos datos se utilizaron posteriormente para la determinación del contenido de carbohidratos en la materia prima. Para la medición de la masa se utilizó una balanza marca Ohaus y para los volúmenes de agua y ácido sulfúrico se utilizaron probetas marca Normax.

Cuadro 9: Datos de cantidades para formación del reactivo de benedict

Componente	Cantidad	Unidad
Carbonato de sodio	1.001 ± 0.0005	g
Citrato de sodio	1.735 ± 0.0005	g
Sulfato de cobre anhidro	0.346 ± 0.0005	g
Volumen de solución	10 ± 0.05	mL

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus y para el volumen se utilizaron probetas marca Normax.

Cuadro 10: Datos de corridas de extracción de pectina a pH 4

Componente	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
Pulpa ± 0.05 g	50	40.1	40.1
Agua destilada ± 1 mL	350	280	280
HCl 0.5M ± 0.5 mL	15.9	5.5	5.7
pH ± 0.005	4	3.99	4
Etanol 99% ± 1 mL	350	280	280
Pectina ± 0.05 g	1.7	1	0.9

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus, para el volumen se utilizaron probetas marca Normax y para el pH se utilizó un medidor multi-parámetro PCSTester 35 marca Oakton.

Cuadro 11: Datos de corridas de extracción de pectina a pH 3

Componente	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
Pulpa ± 0.05 g	49.5	40	40
Agua destilada ± 1 mL	346	280	280
HCl 0.5M ± 0.5 mL	15.9	25.4	24.8
pH ± 0.005	3.01	3.03	3
Etanol 99% ± 1 mL	350	280	280
Pectina ± 0.05 g	2.2	1.6	1.8

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus, para el volumen se utilizaron probetas marca Normax y para el pH se utilizó un medidor multi-parámetro PCSTester 35 marca Oakton.

Cuadro 12: Datos de corridas de extracción de pectina a pH 2

Componente	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
Pulpa $\pm 0.05\text{g}$	40	40	40.1
Agua destilada $\pm 1\text{mL}$	280	280	280
HCl 0.5M $\pm 0.5\text{mL}$	28.1	28.4	24.8
pH ± 0.005	1.99	2	2.01
Etanol 99% $\pm 1\text{mL}$	280	280	280
Pectina $\pm 0.05\text{g}$	2.8	2.5	2.6

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus, para el volumen se utilizaron probetas marca Normax y para el pH se utilizó un medidor multi-parámetro PCSTester 35 marca Oakton.

Cuadro 12: Datos de corridas de titulación para grado de esterificación

Corrida	Volumen inicial NaOH 0.1N $\pm 0.01\text{mL}$	Volumen final NaOH 0.1N $\pm 0.01\text{mL}$
1	0.30	0.30
2	0.20	0.32
3	1.30	1.10
4	1.80	1.32

- Para el volumen se utilizó una bureta de 20mL marca Vee Gee Scientific.

Cuadro 13: Datos de corridas de titulación para peso equivalente

Corrida	Masa de muestra $\pm 0.05\text{g}$	Volumen NaOH 0.1N $\pm 0.005\text{mL}$
1	0.5	4.35
2	0.5	4.27
3	0.5	4.5

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus y para el volumen se utilizó una bureta de 20mL marca Vee Gee Scientific.

Cuadro 14: Datos de corridas de titulación para contenido de metoxilo

Corrida	Masa de muestra $\pm 0.05\text{g}$	Volumen NaOH $\pm 0.005\text{mL}$
1	0.5	4.02
2	0.5	4.20
3	0.5	5.00

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus y para el volumen se utilizó una bureta de 20mL marca Vee Gee Scientific.

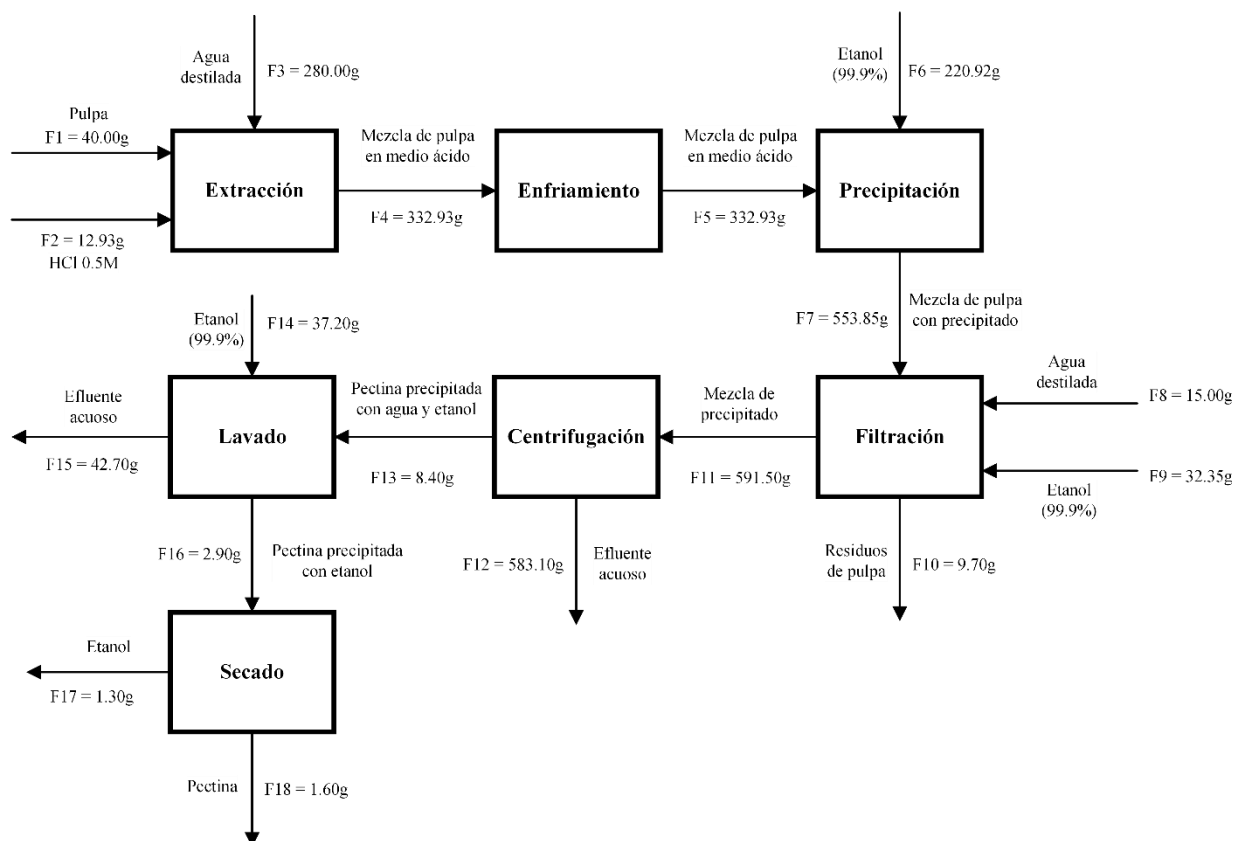
Cuadro 15: Datos de corridas de contenido de ceniza

Corrida	Masa inicial de muestra y crisol $\pm 0.0005\text{g}$	Masa final de muestra y crisol $\pm 0.0005\text{g}$
1	24.6707	23.9688
2	18.5351	17.2416
3	19.8294	19.0706

- Para la medición de la masa se utilizó una balanza analítica marca Ohaus y para el volumen se utilizó una bureta de 20mL marca Vee Gee Scientific.

B. FIGURAS ORIGINALES

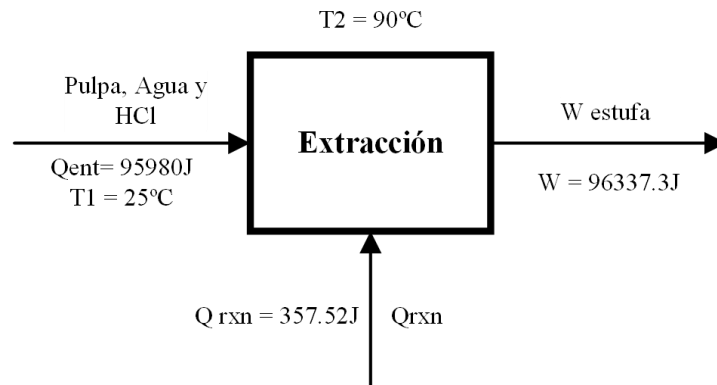
Figura 17: Balance de masa real de la extracción y purificación de pectina



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

- Para el balance de masa se utilizó los datos de una corrida de extracción y purificación de pectina a pH 3 como nivel de acidez. El balance varía según las condiciones de pH y cantidades de entrada de pulpa.

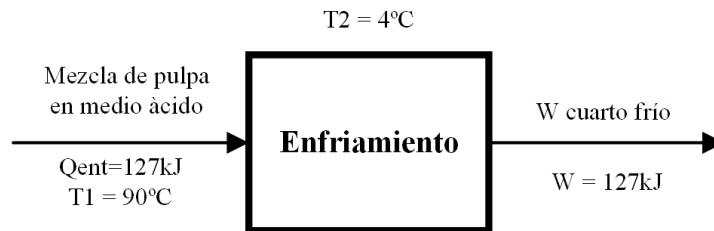
Figura 18: Balance de energía real de la extracción de pectina



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

- Para el balance de energía se utilizó los datos de una corrida de extracción y purificación de pectina a pH 3 como nivel de acidez. El balance varía según las condiciones de pH y cantidades de entrada de pulpa.

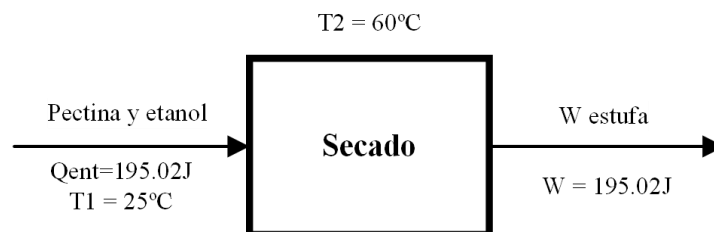
Figura 19: Balance de energía real del enfriamiento de la mezcla de pulpa en medio ácido



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

- Para el balance de energía se utilizó los datos de una corrida de extracción y purificación de pectina a pH 3 como nivel de acidez. El balance varía según las condiciones de pH y cantidades de entrada de pulpa.

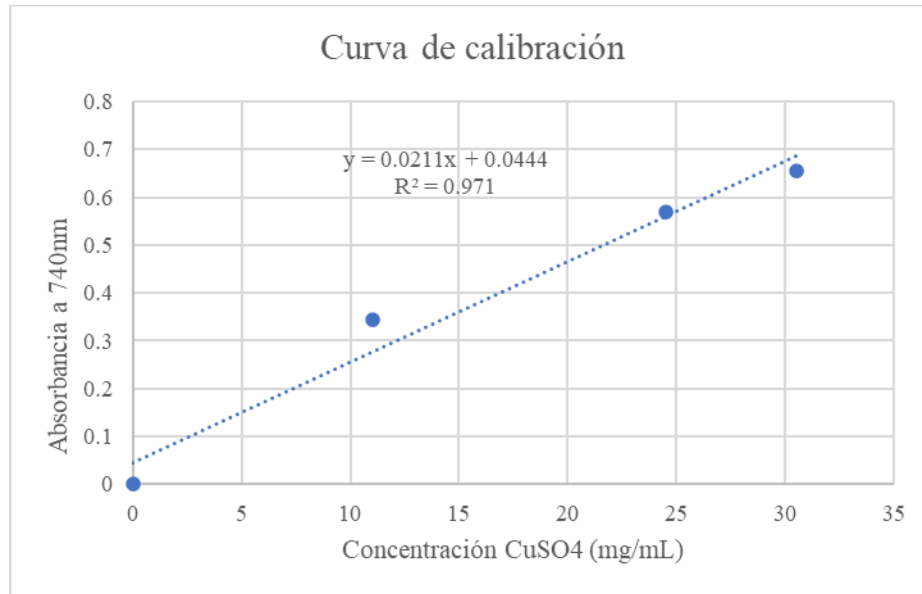
Figura 20: Balance de energía real del secado de pectina precipitada con etanol



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

- Para el balance de energía se utilizó los datos de una corrida de extracción y purificación de pectina a pH 3 como nivel de acidez. El balance varía según las condiciones de pH y cantidades de entrada de pulpa.

Figura 21: Curva de calibración de absorbancia contra concentración de sulfato de cobre



Fuente: (Elaboración propia, 2023)

- La absorbancia a 740nm se midieron utilizando un espectrofotómetro UV-VIS mini 1240 marca Shimadzu.

C. CÁLCULOS

Cálculo 1: Densidad de bulto de pulpa

$$\rho = \frac{M}{V} * 1000$$

Donde:

ρ es la densidad de bulto en kg/m³

M es la masa de pulpa en g

V es el volumen de pulpa en mL

$$\rho = \frac{51.4g}{150mL} * 1000 = 342.67 \frac{kg}{m^3}$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación de densidad en la caracterización de pulpa. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 2: Contenido de humedad de pulpa

$$H = \frac{M_0 - M_F}{M_0} * 100$$

Donde:

H es el contenido de humedad en %

M₀ es la masa de pulpa inicial en g

M_F es la masa de pulpa final en g

$$H = \frac{2.01g - 0.513g}{2.01g} * 100 = 74.48\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación de humedad en la caracterización de pulpa. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 3: Contenido de sulfato de cobre

$$C_{CuSO_4} = \frac{Abs - b}{m}$$

Donde:

C_{CuSO₄} es el contenido de sulfato de cobre en mg/mL

Abs es la absorbancia leída en el espectrofotómetro

b es el intercepto de la curva de calibración (Figura 19)

m es la pendiente de la curva de calibración (Figura 19)

$$C_{CuSO_4} = \frac{0.56 - 0.044}{0.0211} = 24.49 \frac{mg}{mL}$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación de contenido de carbohidratos totales en la caracterización de pulpa. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 4: Cantidad de carbohidratos en solución inicial

$$C_{CH,0} = \frac{C_{CuSO_4} * 5 * V_0}{1000}$$

Donde:

C_{CH,0} es el contenido de carbohidratos en g

C_{CuSO₄} es el contenido de sulfato de cobre en mg/mL

V₀ es el volumen de solución inicial en mL

$$C_{CH,0} = \frac{24.49 \frac{mg}{mL} * 5 * 600mL}{1000} = 22.78g$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación de contenido de carbohidratos totales en la caracterización de pulpa. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 5: Cantidad de carbohidratos totales en pulpa

$$C_{CH} = \frac{C_{CH,0}}{m_x} * 100$$

Donde:

C_{CH} es el contenido de carbohidratos totales en pulpa en %

$C_{CH,0}$ es el contenido de carbohidratos en g

m_x es el peso de la muestra de pulpa inicial en g

$$C_{CH} = \frac{22.78g}{47.4g} * 100 = 48.05\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación de contenido de carbohidratos totales en la caracterización de pulpa. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 6: Rendimiento de extracción de pectina

$$R = \frac{m_{pulpa}}{m_{pectina}} * 100$$

Donde:

R es el rendimiento de la extracción en %

m_{pulpa} es la masa de pulpa en g

$m_{pectina}$ es la masa de pectina en g

$$R = \frac{40g}{1.0g} * 100 = 2.5\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 2 a pH 4 de la determinación del rendimiento de extracción de pectina. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas a pH 4, pH 3 y pH 2.

Cálculo 7: Grado de esterificación

$$GE = \frac{V_2}{V_2 + V_1} * 100$$

Donde:

GE es el grado de esterificación en %

V_2 es el volumen para la titulación 2 en mL

V_1 es el volumen para la titulación 1 en mL

$$GE = \frac{0.30mL}{0.30mL + 0.30mL} * 100 = 50\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación del grado de esterificación en la caracterización de pectina. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 8: Contenido de metoxilo

$$MET = \frac{V * N * 3.1}{m_x}$$

Donde:

MET es el contenido de metoxilo en %

V es el volumen de NaOH utilizado en titulación en mL

N es la normalidad del NaOH

m_x es el peso de la muestra de pulpa inicial en g

$$MET = \frac{4.02mL * 0.1N * 3.1}{0.5g} = 2.49\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación del contenido de metoxilo en la caracterización de pectina. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 9: Contenido de ácido anhidrouónico

$$AUA = \frac{176 * MET}{31 * DE}$$

Donde:

AUA es el contenido de ácido anhidrouónico en %

MET es el contenido de metoxilo en %

DE es el grado de esterificación en %

$$AUA = \frac{176 * 2.732\%}{31 * 49.92\%} = 31.07\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con las medias de contenido de metoxilo y grado de esterificación para la determinación de ácido anhidrouónico en la caracterización de la pectina.

Cálculo 10: Contenido de ceniza

$$CZ = \frac{m_{c+mf} - m_c}{m_{c+m0} - m_c} * 100$$

Donde:

CZ es el contenido de ceniza en %

M_{c+mf} es la masa de contenedor y muestra final en g

M_{c+m0} es la masa de contenedor y muestra inicial en g

M_c es la masa de contenedor en g

$$CZ = \frac{23.9688g - 23.9490g}{24.6707 - 23.9490g} * 100 = 2.74\%$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de la corrida 1 de la determinación del contenido de ceniza en la caracterización de pectina. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las corridas.

Cálculo 11: Balance de masa del proceso de extracción

$$\text{Entradas} = \text{Salidas}$$

$$F1 + F2 + F3 = F4$$

Donde:

F1 es la entrada de pulpa en g

F2 es la entrada de HCl 0.5M en g

F3 es la entrada de agua destilada en g

F4 es la salida de mezcla de pulpa en medio ácido en g

$$40g + 12.93g + 280g = F4 = 332.93g$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de una corrida de la extracción de pectina con nivel de acidez de pH 3. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las operaciones en el proceso de extracción y purificación de pectina.

Cálculo 12: Calor de entrada del proceso de extracción

$$Q_{ent} = \left(\sum_{i=0}^n m_i c_i \right) * (T_2 - T_1)$$

Donde:

Q_{ent} es la energía necesaria para calentar los componentes en J

m_i es la masa del componente i para n componentes en g

c_i es el calor específico del componente i para n componentes en J/(g*K)

T_2 es la temperatura a la que se desea llegar en °C

T_1 es la temperatura inicial de los componentes en °C

$$Q_{ent} = \left[(40g) \left(6.276 \frac{J}{gK} \right) + (12.93g) \left(4.18 \frac{J}{gK} \right) + (280g) \left(4.184 \frac{J}{gK} \right) \right] * (90^\circ C - 25^\circ C) = 95980J$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de una corrida de la extracción de pectina con nivel de acidez de pH 3. También se utilizó el mismo cálculo para el resto de las operaciones en el proceso de extracción y purificación de pectina.

Cálculo 13: Calor de reacción del proceso de extracción

$$Q_{rxn} = \frac{m_{pulpa} * (1 - H) * C_{CH} * H_{rxn}}{343.2}$$

Donde:

Q_{rxn} es la energía necesaria para que se de la reacción en J

m_{pulpa} es la masa de pulpa que ingresa en g

H es la media de humedad de la pulpa en %

C_{CH} es la media del contenido de carbohidratos totales en pulpa en %

H_{rxn} es la entalpía de reacción de la hidrólisis en J/mol

$$Q_{rxn} = \frac{(40g) * (1 - 0.744) * (0.48) * \left(25000 \frac{J}{mol}\right)}{343.2} = 357.52J$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de una corrida de la extracción de pectina con nivel de acidez de pH 3.

Cálculo 14: Balance de energía del proceso de extracción

$$Q_{ent} + Q_{rxn} = W_{estufa}$$

Donde:

W_{estufa} es el trabajo necesario por parte de la estufa en J

Q_{ent} es el calor necesario para la suma de

Q_{rxn} es la energía necesaria para que se de la reacción en J

$$W_{estufa} = 95980J + 357.52J = 96337.3 J$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de una corrida de la extracción de pectina con nivel de acidez de pH 3. Se repitió el cálculo para las demás operaciones en el proceso de extracción y purificación de pectina.

D. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Cálculo 15: Tamaño de muestra

$$n = \frac{Z_{\alpha}^2 * p * q}{e^2}$$

Donde:

n es el tamaño de muestra

Z_{α}^2 es el parámetro estadístico que depende de la insignificancia

e es el error máximo aceptado

p es la probabilidad de que ocurra el evento

q es la probabilidad de que no ocurra el evento

$$n = \frac{1.96^2 * 0.9 * 0.1}{0.33^2} = 3.1$$

Cálculo 16: Media aritmética

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

Donde:

$\bar{x}$ es la media de x parámetro

x_i es la medición i del parámetro

n es la cantidad de mediciones del parámetro

$$\bar{\rho} = \frac{342.67 \frac{kg}{m^3} + 348.67 \frac{kg}{m^3} + 349.34 \frac{kg}{m^3}}{3} = 346.89 \frac{kg}{m^3}$$

Este ejemplo de cálculo se realizó con los datos de las 3 corridas de la determinación de la densidad de la pulpa como parte de la caracterización de esta. Se repitió el cálculo para los demás parámetros para la caracterización de la pulpa, caracterización de la pectina y la determinación del rendimiento de la extracción de pectina.

E. ANÁLISIS DE ERROR

Cálculo 17: Propagación de error para sumas y restas

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^n (S_i^2)}$$

Donde:

S es la incertidumbre de la suma o resta

S_i es la incertidumbre del componente i de la suma o resta

n es la cantidad de componentes

$$S = \sqrt{(1.19)^2 + (1.21)^2 + (1.20)^2} = 2.08 \frac{kg}{m^3}$$

Este ejemplo de cálculo se realizó para la obtención de la incertidumbre de la media con los datos de las 3 corridas de la determinación de la densidad de la pulpa como parte de la caracterización de esta. Se repitió el cálculo para los demás parámetros para la caracterización de la pulpa, caracterización de la pectina y la determinación del rendimiento de la extracción de pectina.

Cálculo 18: Propagación de error para multiplicaciones y divisiones

$$S = R \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{S_i}{x_i}\right)^2}$$

Donde:

S es la incertidumbre de la multiplicación o división

R es el resultado de la multiplicación o división

S_i es la incertidumbre del componente i

x_i es el valor del componente i

n es la cantidad de componentes

$$S = 342.67 \frac{kg}{m^3} \sqrt{\left(\frac{0.05}{51.4}\right)^2 + \left(\frac{0.5}{150}\right)^2} = 1.19 \frac{kg}{m^3}$$

Este ejemplo de cálculo se realizó para la obtención de la incertidumbre de la densidad de la corrida 1 de la determinación de la densidad de la pulpa como parte de la caracterización de esta. Se repitió el cálculo para los demás parámetros para la caracterización de la pulpa, caracterización de la pectina y la determinación del rendimiento de la extracción de pectina y cualquier multiplicación y división.

F. DATOS CALCULADOS

Cuadro 16: Densidades por corrida

Corrida	Densidad (kg/m ³)
1	342.67 ± 1.19
2	348.67 ± 1.21
3	349.34 ± 1.20

- Estos datos se obtuvieron utilizando el cálculo 1.

Cuadro 17: Humedad por corrida

Corrida	Humedad (%)
1	74.48 ± 0.04
2	73.68 ± 0.04
3	75.09 ± 0.04

- Estos datos se obtuvieron utilizando el cálculo 2.

Cuadro 18: Absorbancia, contenido de sulfato de cobre, cantidad de carbohidratos y contenido de carbohidratos totales

Parámetro	Corrida 1	Corrida 2	Corrida 3
Absorbancia	0.560	0.592	0.521
Contenido de CuSO ₄ (mg/mL)	24.49 ± 1.95	26.01 ± 2.02	22.64 ± 1.86
Cantidad de CH inicial (g)	22.78 ± 1.81	24.19 ± 1.88	21.05 ± 1.73
Contenido de CH total (%)	48.05 ± 3.82	51.03 ± 3.96	44.42 ± 3.65

- Estos datos se obtuvieron utilizando los cálculos 3, 4 y 5.

Cuadro 19: Datos calculados de la curva de calibración de sulfato de cobre

Componente	Valor
Coefficiente R ²	0.971
R ² ajustado	0.956
Intercepción	0.044
Variable	0.021

- Estos datos se obtuvieron utilizando el programa Excel.

Cuadro 20: Rendimientos de extracción de pectina para todas las corridas a diferentes pH

pH	Rendimiento Corrida 1 (%)	Rendimiento Corrida 2 (%)	Rendimiento Corrida 3 (%)
4	3.40 ± 0.10	2.50 ± 0.13	2.25 ± 0.13
3	4.44 ± 0.10	4.00 ± 0.13	4.50 ± 0.13
2	7.00 ± 0.13	6.25 ± 0.13	6.50 ± 0.13

- Estos datos se obtuvieron utilizando el cálculo 6.

Cuadro 21: Grado de esterificación por corrida

Corrida	Grado de esterificación (%)
1	50.00 ± 2.04
2	61.54 ± 2.55
3	45.83 ± 0.50
4	42.31 ± 0.37

- Estos datos se obtuvieron utilizando el cálculo 7.

Cuadro 22: Contenido de metoxilo por corrida

Corrida	Contenido de metoxilo (%)
1	2.49 ± 0.25
2	2.60 ± 0.26
3	3.10 ± 0.31

- Estos datos se obtuvieron utilizando el cálculo 8.

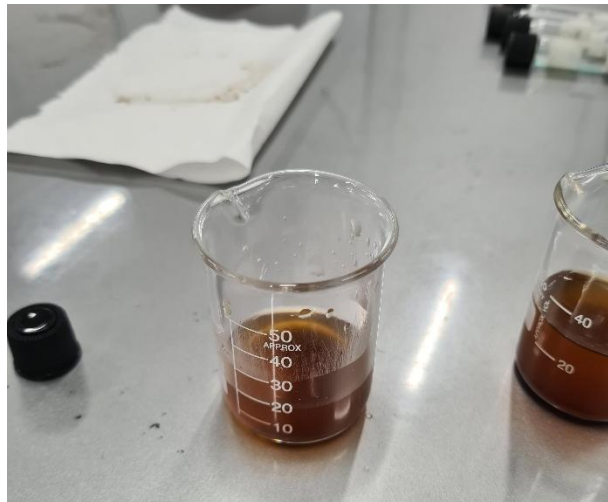
Cuadro 23: Contenido de ceniza por corrida

Corrida	Contenido de ceniza (%)
1	2.744 ± 0.007
2	1.403 ± 0.004
3	5.844 ± 0.010

- Estos datos se obtuvieron utilizando el cálculo 10.

G. FOTOGRAFÍAS

Figura 22: Solución de hidrólisis de pulpa previo a reacción de Benedict



- La solución fue utilizada para la determinación de carbohidratos en pulpa.

Figura 23: Centrífuga utilizada volumen de 1.5m



- Centrífuga 5415 D marca Eppendorf. Se utilizó como parte del procedimiento de determinación de contenido de carbohidratos totales.

Figura 24: Reactivo de Benedict realizado



- Se formó mezclando citrato de sodio, sulfato de cobre y carbonato de sodio.

Figura 25: Precipitado de óxido de cobre en determinación de carbohidratos en pulpa



- La imagen se tomó después del paso de centrifugación. Es un tubo Eppendorf de 1.5mL.

Figura 26: Espectrofotómetro UV-VIS utilizado



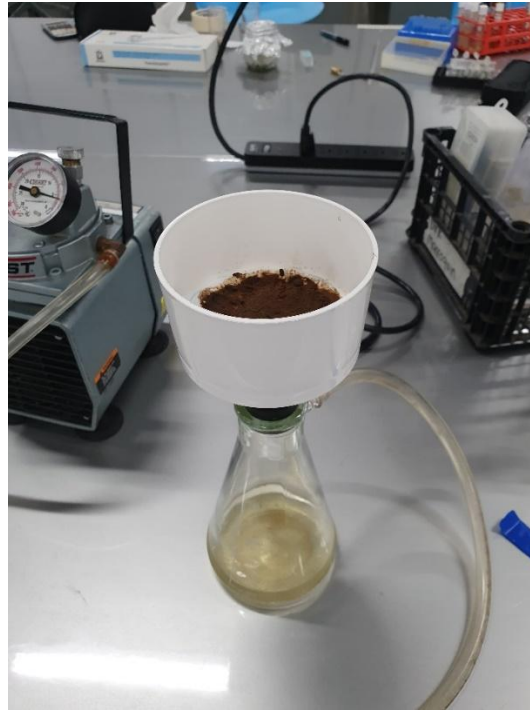
- Espectrofotómetro UV-VIS mini 1240 marca Shimadzu. Se utilizó como parte del procedimiento de determinación de contenido de carbohidratos totales.

Figura 27: Solución de precipitado



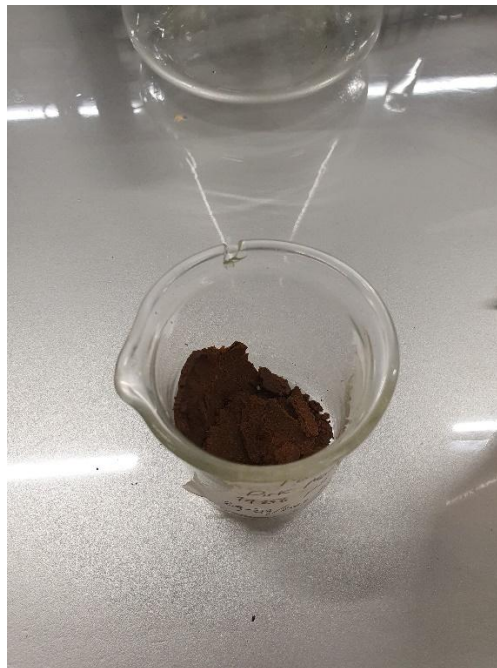
- Así se ven las soluciones después de precipitar en el proceso de extracción y purificación de pectina. Dentro de cada recipiente se ve una fase de sedimento y una fase acuosa. El sedimento es la pectina.

Figura 28: Filtración al vacío para purificación de pectina



- Para este sistema se utilizó un Kitasato, el embudo Buchner, un papel filtro y una bomba de vacío. Es uno de los últimos pasos en la purificación de la pectina.

Figura 29: Pectina



- Esta imagen es de la pectina previo al último paso de secado en el proceso de purificación. Posee un color marrón oscuro.

XIII. GLOSARIO

Abono: Sustancia orgánica o inorgánica utilizada para enriquecer el suelo con nutrientes y mejorar su fertilidad.

Acuoso: Relacionado o que esté hecho de agua.

Café: Bebida popular preparada a partir de granos de café tostados y molidos y un proceso de infusión.

Enlace químico: Conexión química entre átomos que mantiene unidas a las moléculas.

Estabilizador: Sustancia que se agrega a una mezcla o solución para mantener la uniformidad, prevenir la separación de fases o mejorar la estabilidad de una sustancia coloidal.

Extracción: Proceso de separar una sustancia deseada de un material principal.

Fosa: Cavidad o agujero excavado en el suelo, a menudo utilizado para almacenar desechos orgánicos.

Gelificación: Formación de un gel o estructura de red tridimensional en una solución.

Hidrólisis: Proceso químico en el cual una sustancia se descompone en presencia de agua.

Neutralización: Proceso de ajuste de pH de una solución ácida o alcalina para alcanzar un pH neutro.

Polisacárido: Polímero formado por la unión de varios monosacáridos.

Subproducto: Producto secundario o derivado de un proceso principal que generalmente se considera de menor valor o utilidad en relación al producto principal.

Sustancia coloidal: Sustancia que contiene partículas sólidas o líquidas finamente dispersas en un medio líquido o gaseoso.