

EVALUACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE UNA BIOPELÍCULA A PARTIR
DE PECTINA EXTRAÍDA DE LA PULPA DE CAFÉ ARÁBICA

KAREN DANIELA OROZCO VELANDIA

SOFIA VILLA MEJÍA

Proyecto Integral de Grado para optar al título de
INGENIERO QUÍMICO

Director:

DAVID LEONARDO SOTELO. MSc. cPhD.

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA INGENIERÍA QUÍMICA

BOGOTÁ D.C.

2021

NOTA DE ACEPTACIÓN

**Nombre
Presidente Jurado**

**Nombre
Jurado**

**Nombre
Jurado**

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro.

Dr. Mario Posada García- Peña.

Consejero Institucional.

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña.

Vicerrectora Académica y de Investigaciones.

Dra. Alexandra Mejía Guzmán.

Vicerrector Administrativo y Financiero.

Dr. Ricardo Alfonso Peñaranda Castro.

Secretario General.

Dr. José Luis Macías Rodríguez

Decano de la Facultad de Ingenierías.

Ing. Julio César Fuentes Arismendi.

Director del Programa de Ingeniería Química.

Ing. Nubia Liliana Becerra Ospina.

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

DEDICATORIA

A Dios principalmente por la vida y todo lo que me rodea.

A mis padres Ana Velandia y Mario Orozco por su apoyo incondicional y acompañamiento en el cumplimiento de mis propósitos y sueños. Gracias por su compromiso en hacer de mí no solo una excelente profesional sino también una gran persona, por su amor y dedicación en cada etapa de mi vida y por esforzarse cada día por darme lo mejor de sí.

A mis hermanos, Alejandra y Mario, por su paciencia y apoyo emocional, por creer en mí y motivarme todos los días.

A Sofí, mi compañera de tesis, universidad y vida, por hacer que estos 5 años fueran una etapa llena de momentos inolvidables.

A los compañeros y profesores que me acompañaron durante esta etapa, por sus lecciones de vida, momentos de risa, grandes conocimientos y por ser parte de mi crecimiento personal y profesional.

Karen Daniela Orozco Velandia

DEDICATORIA

Este trabajo va dedicado a mis padres, Jorge Villa y Paula Mejía, quienes se han esforzado para que esto sea posible y me han acompañado y apoyado en cada paso que he dado y he querido dar. Gracias por ser tan comprensivos y por confiar en mí.

A Dani, mi compañera de tesis, universidad y vida, por hacer que estos 5 años fueran una etapa maravillosa y llena de momentos inolvidables.

A todos mis amigos y profesores que me acompañaron en este proceso de crecimiento profesional y personal.

Sofia Villa Mejía

AGRADECIMIENTOS

Queremos agradecer principalmente a nuestro director de proyecto David Leonardo Sotelo por su calidad humana, paciencia, dedicación y colaboración en el desarrollo del mismo, por aportarnos sus conocimientos, brindarnos apoyo incondicional y por ser parte de nuestro crecimiento personal y profesional.

A Don Rafael, por su apoyo desinteresado al trabajo de grado mediante la disposición de la materia prima (pulpa de café Arábica) requerida para la experimentación proveniente de la finca cafetera La Pedregoza, ubicada en el municipio de Mesitas del Colegio en Cundinamarca

A Yenny Hernández de la Coordinación de Laboratorios y Taller de Máquinas y Herramientas, por su apoyo y comprensión durante el desarrollo experimental del trabajo de grado.

Finalmente queremos agradecer infinitamente a los profesores y compañeros que nos acompañaron durante estos cinco años de formación profesional, por aportar no solo conocimientos de valor sino también por brindarnos momentos especiales que nos permitieron ser mejores personas.

TABLA DE CONTENIDO

| | pág. |
|--|------|
| RESUMEN | 12 |
| INTRODUCCIÓN | 13 |
| OBJETIVOS | 15 |
| 1. MARCO TEÓRICO | 16 |
| 1.1 Café tipo arábica | 17 |
| 1.1.1 <i>Pulpa de café</i> | 17 |
| 1.2. Pectina | 18 |
| 1.2.1. <i>Composición química y estructura de la pectina</i> | 18 |
| 1.2.2. <i>Propiedades fisicoquímicas de la pectina</i> | 21 |
| 1.3. Método de extracción de pectina | 27 |
| 1.3.1. <i>Extracción por hidrólisis ácida</i> | 24 |
| 1.4. Generalidades de las biopelículas | 28 |
| 1.4.1. <i>Propiedades de las biopelículas</i> | 25 |
| 2. METODOLOGÍA | 28 |
| 2.1. Obtención de pectina | 31 |
| 2.1.1. <i>Preparación de la materia prima: Inactivación de enzimas y trituración</i> | 28 |
| 2.1.2. <i>Extracción química</i> | 29 |
| 2.1.3. <i>Determinación del porcentaje de rendimiento de la extracción</i> | 33 |
| 2.2. Caracterización de las pectinas | 36 |
| 2.2.1. <i>Determinación del peso equivalente y acidez libre (AL)</i> | 33 |
| 2.2.2. <i>Determinación del contenido de metoxilo (ME)</i> | 35 |
| 2.2.3. <i>Determinación del porcentaje de humedad</i> | 36 |
| 2.2.4. <i>Determinación del grado de esterificación (GE)</i> | 37 |
| 2.2.5. <i>Determinación del porcentaje de ácido anhídrido galacturónico</i> | 38 |
| 2.3. Obtención de las biopelículas | 41 |
| 2.3.1. <i>Elaboración de las soluciones formadoras</i> | 39 |
| 2.3.2. <i>Elaboración de las biopelículas</i> | 40 |
| 2.3.3. <i>Caracterización de las biopelículas</i> | 41 |
| 3. RESULTADOS | 43 |
| 3.1. Obtención de pectina | 45 |
| 3.1.1. <i>Extracción química</i> | 43 |
| 3.1.2. <i>Rendimiento de la extracción</i> | 46 |

| | | |
|--------|---|----|
| 3.2. | Caracterización de las pectinas obtenidas | 51 |
| 3.2.1. | <i>Determinación del peso equivalente (PE) y la acidez libre (AL)</i> | 49 |
| 3.2.2. | <i>Determinación del porcentaje de metoxilo (ME)</i> | 51 |
| 3.2.3. | <i>Determinación del porcentaje de humedad</i> | 51 |
| 3.2.4. | <i>Determinación del grado de esterificación (GE)</i> | 52 |
| 3.2.5. | <i>Determinación del ácido anhídrido galacturónico</i> | 52 |
| 3.3. | Obtención de las biopelículas | 56 |
| 3.3.1. | <i>Síntesis de las biopelículas</i> | 55 |
| 3.3.2. | <i>Resultados de pruebas de caracterización</i> | 56 |
| 4. | CONCLUSIONES | 64 |
| | BIBLIOGRAFÍA | 76 |
| | GLOSARIO | 65 |

LISTA DE FIGURAS

| | pág. |
|--|------|
| Figura 1. Procesamiento del grano de café y sus subproductos | 17 |
| Figura 2. Estructura general de una pectina | 19 |
| Figura 3. Pectinas con alto grado de metilación | 20 |
| Figura 4. Pectinas con bajo grado de metilación | 21 |
| Figura 5. Diagrama tensión-deformación para materiales plásticos | 26 |
| Figura 6. Diagrama de bloques de la extracción de pectina de la pulpa de café | 28 |
| Figura 7. Determinación del peso equivalente y acidez libre | 34 |
| Figura 8. Determinación del contenido de metoxilo | 36 |
| Figura 9. Determinación del porcentaje de humedad | 37 |
| Figura 10. Determinación del grado de esterificación | 38 |
| Figura 11. Diagrama de bloques del proceso de elaboración de la biopelícula | 44 |
| Figura 12. Pretratamiento de la pulpa de café | 43 |
| Figura 13. Trituración de la pulpa de café | 446 |
| Figura 14. Proceso de hidrólisis ácida de la pulpa de café | 447 |
| Figura 15. Proceso de precipitación | 48 |
| Figura 16. Secado de la pectina extraída | 45 |
| Figura 17. Molienda de la pectina | 46 |
| Figura 18. Medias marginales estimadas de rendimiento (tiempo y temperatura) | 50 |
| Figura 19. Medias marginales de rendimiento (tiempo y pH) | 51 |
| Figura 20. Obtención de la biopelícula | 56 |
| Figura 21. Diagrama Fuerza vs. Alargamiento | 63 |

LISTA DE TABLAS

| | pág. |
|-----------------------|------|
| Tabla 1. | 29 |
| Tabla 2. | 32 |
| Tabla 3. | 40 |
| Tabla 6. | 57 |
| Tabla 7. | 58 |
| Tabla 8. | 59 |
| Tabla 9. | 60 |

RESUMEN

En el beneficio del café se producen subproductos que generan problemáticas ambientales, uno de ellos es la pulpa, la cual contiene altos contenido de pectina, un polisacárido que puede ser

utilizado en la elaboración de biopelículas con el propósito de reemplazar polímeros sintéticos altamente contaminantes confiriendo propiedades biodegradables al material.

En el presente trabajo se estudió el proceso de extracción de la pectina de la pulpa de café Arábica, para su posterior aplicación en la obtención de una biopelícula. Para establecer las condiciones óptimas del proceso de extracción se realizó un diseño de experimentos factorial 2^3 donde los factores fueron: pH, temperatura y tiempo de extracción. El proceso de obtención de la pectina de café Arábica se realizó mediante una hidrólisis ácida desarrollada a un pH de 1, temperatura de 90°C y tiempo de 40 minutos; se registró un rendimiento del 5,39% en base seca. A la pectina extraída se le realizó una caracterización evaluando las siguientes propiedades fisicoquímicas: peso equivalente, acidez libre, porcentaje de metoxilo, porcentaje de humedad, grado de esterificación y porcentaje de ácido anhídrido galacturónico cuyos resultados fueron 3706,13 mg/mEq, 0,27 mEq/g, 14,43%, 8,08%, 94,48% y 17,60% respectivamente. Posteriormente se procedió a elaborar una biopelícula con la pectina extraída de la pulpa de café Arábica con presencia de alcohol polivinílico, glicerol y benzoato de sodio. Finalmente, se realizó una evaluación a las siguientes propiedades mecánicas de la biopelícula: resistencia a la tracción mediante la norma ASTM D-412 y dureza Shore A mediante la norma ASTM D-2240, cuyos resultados fueron 0,591 MPa y 42 respectivamente. Aparte se midió el grosor en 5 puntos de la biopelícula con una media de 3,223 mm y solubilidad con una media de 34,28%. Estos ensayos permitieron concluir que la biopelícula elaborada presenta propiedades mecánicas deficientes para sustituir un plástico comercial, pero puede destinarse a la fabricación de apósitos médicos y recubrimientos de alimentos de baja humedad.

Palabras clave: Café tipo Arábica, pulpa de café, pectina, hidrólisis ácida, rendimiento, biopelícula.

INTRODUCCIÓN

La demanda de plásticos constituidos principalmente de polímeros sintéticos como el polietileno y el polipropileno, ha crecido exponencialmente en los últimos años debido a su

economía y practicidad, lo que ha generado una alarmante contaminación en el medio ambiente al no ser degradables. Para mitigar esta problemática, se han estudiado alternativas ecológicas, una de ellas es la elaboración de biopelículas que pueden descomponerse bajo condiciones ambientales.

Debido a su origen renovable y biodegradabilidad, los residuos con presencia de materiales lignocelulósicos son de gran interés industrial debido a que son una fuente importante de material polimérico. La pectina es altamente soluble en agua y otorga amplia deformación a las biopelículas debido a su flexibilidad molecular, también pueden gelificar y constituir una barrera para la permeabilidad de gases, cualidades que resultan similares a algunos polímeros sintéticos [1].

El desarrollo agroindustrial en Colombia no solo es reconocido por su producción e impacto económico sino también por la generación de subproductos y residuos que conlleva a serios problemas medioambientales asociados a su disposición final; es por esto que, en los últimos años, ha incrementado el interés por el aprovechamiento de estos recursos dado a su alta disponibilidad y bajo costo para así disminuir el impacto ambiental. En el procesamiento de palma de aceite, caña de azúcar, maíz, plátano, café, entre otros se produce aproximadamente 71 943 813 Ton/año de residuos que en su mayoría se destinan a rellenos sanitarios o son incinerados [2].

El café es uno de los productos más consumidos a nivel mundial y Colombia es considerado el tercer productor mundial del café. Durante su producción, el 5% del peso del fruto es aprovechado mientras que el 95% restante representa los residuos y subproductos, mayormente determinado por el mucílago, el cisco, las pasillas, los tallos, la borra y la pulpa. Durante el despulpado de café se genera la pulpa, un subproducto principal del proceso del beneficio y quien representa alrededor del 43,58% en base húmeda del peso del fruto fresco. Aproximadamente se producen 2,25 toneladas frescas/ha-año [3].

La pulpa de café contiene valores aproximadamente entre el 5,5% - 6,5% en base seca de sustancias pécticas [4]. La pectina es un heteropolisacárido compuesto principalmente por ácido poligalacturónico que, en presencia de agua, confieren la capacidad de formar geles y son clasificadas en pectinas de alto (HM) y bajo (LM) metoxilo según su grado de metoxilación (DM). Existen diversos métodos para su extracción y cada uno de ellos confiere productos con diferentes propiedades pues depende del método de obtención [4].

Según el método de extracción y clasificación de la pectina según su caracterización, se determina el uso que se le dará a esta. Dentro de sus aplicaciones, las pectinas son utilizadas en industrias farmacéuticas, alimenticias y biotecnológicas, por lo que pueden ser empleadas en numerosos procesos industriales, un ejemplo sería la elaboración de biopelículas, las cuales pueden ser empleadas para la sustitución de algunos polímeros tradicionales de uso cotidiano [5].

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la producción de una biopelícula utilizando pectina extraída de la pulpa de Café Arábica.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar las variables influyentes en el proceso de extracción de pectina.
- Extraer la pectina de la pulpa de café variedad arábica mediante un desarrollo experimental.
- Elaborar una biopelícula a partir de la pectina extraída de la pulpa de café arábica.

1. MARCO TEÓRICO

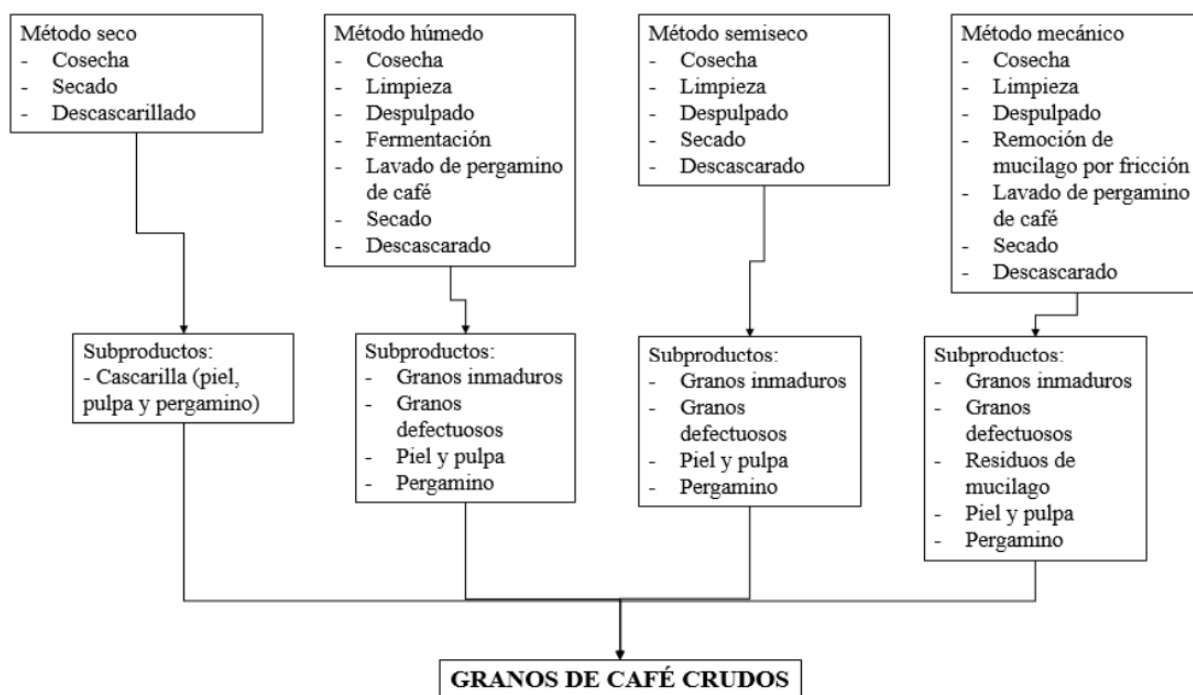
1.1. Café tipo arábica

Los sistemas de producción de café en Colombia se han desarrollado solamente con variedades de la especie *Coffea arabica* L. Desde los comienzos de la caficultura colombiana con sentido comercial, hacia 1810 y hasta finales de los años 1950, predominó el cultivo de variedades de porte alto como la variedad Típica, en cultivos extensivos, con bajas densidades de siembra y con sombra. Posteriormente, entre los años 1970 y 1990 el cultivo evolucionó hacia sistemas intensivos a plena exposición solar, con variedades de porte bajo [6].

El fruto del café es una drupa en la cual los tejidos externos en la madurez se separan, por una capa mucilaginosa, del endocarpio, delgado, duro y coriáceo, llamado pergamino. La pulpa de la cereza madura está formada por el exocarpio (epidermis), que es la capa externa del fruto y representa el 43,2% del fruto en base húmeda. El color de la epidermis varía desde verde o amarillo hasta rojo o rojo intenso y algunas veces hasta violeta o negro. El color depende de la variedad de café y del grado de madurez del fruto. Recubierto por la epidermis se encuentra el mesocarpio, el cual está constituido por una capa gruesa de tejido esponjoso de 5 mm de espesor, rico en azúcares y mucílagos, que recubre los dos granos, los cuales se encuentran unidos por sus caras planas. El mucílago representa el 11,8% del fruto en base húmeda. Los granos están revestidos por una doble membrana: la primera es el endocarpio, amarillo pálido y de consistencia dura y frágil, comúnmente llamado pergamino, representa del 6,1% del fruto en base húmeda; y la segunda, más fina que la anterior y adherida al grano (albumen), llamada película plateada (tegumento seminal), que representa el 0,2% del fruto en base húmeda. El endospermo, también llamado café verde, representa el 38,9 y 55,4% del fruto en base húmeda y base seca, respectivamente [6].

Figura 1.

Procesamiento del grano de café y sus subproductos.



Nota. Diagrama de las etapas del proceso al cual es sometido el grano de café. Tomado de: R. Alves, et al. “Handbook of Coffee Processing By-Products Sustainable Applications” Edited by C. Galanakis, Research & Innovation Department, Galanakis Laboratories, Chania, Greece, 2017. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811290-8.00001-3]

1.1.1 Pulpa de café

Uno de los componentes de la baya o cereza del café es el mesocarpio, también conocido como pulpa de café, ubicada justo debajo del pericarpio (piel) y presenta una textura fibrosa, de coloración amarillenta y con sabor dulce [7]. La obtención de la pulpa de café es efectuada principalmente mediante el procesamiento húmedo del fruto de café [7], [8], [9] que consiste en colocar las bayas sobre agua para separar a las inmaduras que flotan, de las maduras, que se hunden y posteriormente eliminar de manera mecánica la pulpa de las frutas sumergidas mediante un despulpador o presionando la fruta y, por último, los restos de pulpa son eliminados [8], [12].

La pulpa es considerada como el principal subproducto del café, representa cerca de 30% del peso seco de la baya entera o alrededor de 40% en frutos frescos; además, por cada kg de cerezas existe un contenido aproximado de 430 g de pulpa [7], [10]. Los valores nutricionales presentes en la pulpa del café son carbohidratos (50%), fibra (20%), proteínas (7-10%), grasas (1.4-2.5%) y cafeína (0.68-1.3%) [7], [11], [12].

1.2. Pectina

Las pectinas son una de las familias de polisacáridos estructuralmente más complejos y abundantes de las paredes celulares de las plantas superiores. Se encuentran localizadas en la laminilla media otorgando flexibilidad y fuerza mecánica a las paredes celulares. Además, se ha demostrado que algunos fragmentos pécticos poseen actividades intercelulares regulatorias de mecanismos de defensa de la propia planta [13].

Como en otros biopolímeros, las propiedades funcionales de las pectinas dependen en gran medida de factores intrínsecos de la molécula como su masa molecular (M_w) y grado de esterificación (DE), que a su vez dependen de la materia prima, del estado de madurez del fruto y de las condiciones de extracción y de almacenamiento, entre otros. Las estructuras pécticas se pueden ver alteradas fundamentalmente por desmetoxilación y despolimerización inducidas o espontáneas durante su obtención, procesado y posterior conservación. En ambos casos estos efectos se intensifican a medida que las condiciones de temperatura y humedad relativa incrementan, aunque no responden de la misma manera todos los tipos de pectinas. Además, factores extrínsecos tales como pH, sales disueltas y la presencia de azúcares también influyen en estas reacciones [13].

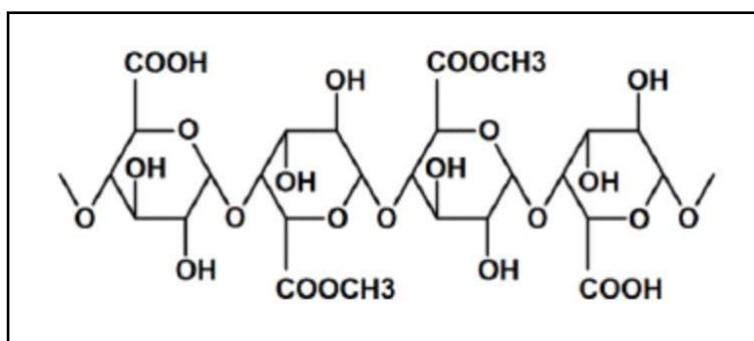
1.2.1. Composición química y estructura de la pectina

La pectina es un polímero del ácido D-galacturónico con unidades enlazadas por enlaces α 1-4. Las cadenas de pectina están interrumpidas por unidades de L-ramnosa unidas mediante enlaces α 1-2 [13]. También se puede encontrar galactosa, arabinosa, glucosa y xilosa. Por lo menos 3 de estos azúcares neutros se han encontrado en pectinas en forma de cadenas laterales cortas.

Las pectinas de las frutas, y en general de los materiales vegetales, varían en el contenido de metoxilo y poder de gelificación, así como también en la presencia y las posiciones de otros grupos químicos como amidas y etoxilo. El contenido de metoxilo en las pectinas comerciales se encuentra entre el 8 y el 11%, pueden formar geles con un contenido de 65% de sólidos solubles (azúcar). También varían en la longitud de la cadena y los elementos involucrados en su estructura, lo cual compromete su capacidad de fluir. Desde el punto de vista del contenido de metoxilo, o sea del número de grupos carboxilos esterificados con metanol, se distinguen dos tipos, pectinas de alto metoxilo y pectinas de bajo metoxilo [14].

Figura 2.

Estructura general de una pectina.

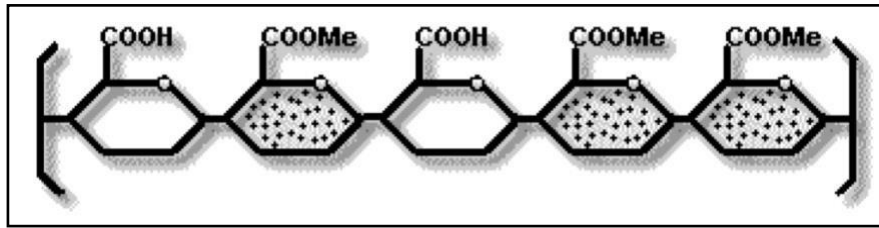


Nota. Descripción gráfica de la estructura de la pectina, donde se encuentra el ácido galacturónico esterificado a un grupo metilo. Tomado de: V. Zegada. (2015). “Extracción de pectina de residuos de cáscara de naranja por hidrólisis ácida asistida por microondas (HMO)”, *Universidad Privada Boliviana*, Vol. 1, No. 15, pp. 65-76. [En línea]. Disponible en [<https://n9.cl/g4f8h>]

1.2.1.a. Pectinas de alto metoxilo. Son aquellas en las cuales más del 50% de los grupos carboxilos del ácido galacturónico del polímero se encuentra esterificado con metanol como se puede ver en la Figura 3. Estas pectinas son capaces de formar geles en condiciones de pH entre 2.8 y 3.5 y un contenido de sólidos solubles (azúcar) entre 60% y 70% [14].

Figura 3.

Pectinas con alto grado de metilación.



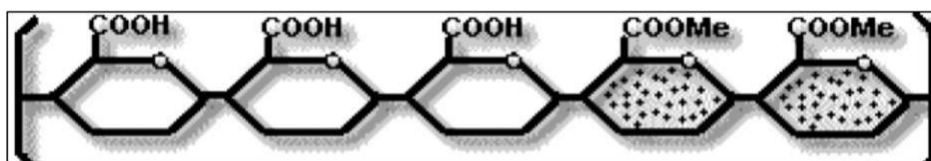
Nota. Descripción gráfica de una pectina que presenta alto grado de metilación, donde más de la mitad de ácidos galacturónicos se encuentran esterificados con metanol. Tomado de: E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [En línea]. Disponible en [<https://n9.cl/a8ciz>]

Estas pectinas pueden subdividirse en 2 grupos: las de gelificación rápida (Rapidset), o sea menor a 5 minutos y tiene un grado de esterificación con metanol entre el 68 y el 75%. El otro grupo es de gelificación lenta (Slowset) es decir que gelifican después de 5 minutos y tienen entre 60 y 68% de esterificación con metanol [14]. Este tiempo de gelificación puede medirse utilizando la metodología propuesta por Ferreira, en donde se prepara una jalea con la pectina, azúcar y agua destilada, y se debe agregar solución acuosa de ácido tartárico para proceder a tomar el tiempo que demore en gelificar la mezcla [16].

1.2.1.b. Pectinas de bajo metóxilo. Son aquellas en las cuales menos del 50% de los grupos hidroxilo están esterificados con metanol. Para la formación del gel requieren la presencia de cationes divalente, generalmente se emplea calcio. En este caso la formación del gel ocurre por la formación de enlaces de dichos cationes con moléculas de pectina, formando una red tridimensional con los grupos carboxilo de ésta. Los geles se pueden obtener entre pH 1 a 7; el pH no afecta la textura del gel ni el intervalo de sólidos solubles y puede fluctuar entre 0 y 80%, pero la presencia de calcio (40 a 100mg) es el factor predominante en la formación del gel [14].

Figura 4.

Pectinas con bajo grado de metilación.



Nota. Descripción gráfica de una pectina que presenta bajo grado de metilación, donde menos de la mitad de ácidos galacturónicos se encuentran esterificados con metanol. Tomado de: E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [En línea]. Disponible en [<https://n9.cl/a8ciz>]

1.2.2. Propiedades fisicoquímicas de la pectina

Las características químicas de las pectinas que influyen en la fuerza del gel son el grado de esterificación y el peso molecular. La habilidad de la pectina a gelificarse también depende de su solubilidad, viscosidad y de su peso molecular [15].

1.2.2.a. Peso molecular. El peso molecular de la pectina, relacionado con la longitud de la cadena, es una característica muy importante de la que dependen la viscosidad de sus disoluciones y su comportamiento en la gelificación de las jaleas. La determinación cuidadosa del peso molecular es difícil, parcialmente debido a la extrema heterogeneidad de las muestras y a la tendencia de las pectinas a agregarse, aún bajo condiciones no favorables a la gelación. Los pesos moleculares de pectinas y su distribución fueron estudiados sistemáticamente por viscosimetría y determinaron que los pesos moleculares variaban de 20 000 a 300 000 g/mol [14].

1.2.2.b. Acidez de la pectina. Esta propiedad de las disoluciones de pectina varía según el grado de esterificación y pH, en su estado natural son neutras y en solución pueden tener carácter ácido. Se considera que deben presentar un pH entre 2.8 y 3.4 como función del grado de esterificación [16].

1.2.2.c. Grado de esterificación. Las pectinas se pueden clasificar según su DE en pectinas de alto metoxilo (HMP) (más del 50% de grupos carboxilo están esterificados) y pectinas de bajo metoxilo (LMP) (< 50%) [17]. El número y distribución de los grupos metílicos a lo largo de la molécula juegan un papel muy importante en la solubilidad, capacidad espesante y capacidad de gelificación de las pectinas, características que determinan las propiedades del gel formado [17]. Las HMP se pueden subdividir en dos grupos según su temperatura de gelificación: i) “pectinas rápidas” que gelifican en menos de cinco minutos a 95 °C, presentan un DE entre 68 y 75%, tradicionalmente, se utilizan para la elaboración de mermeladas y confituras; ii) “pectinas lentas” con un DE entre el 60 y 68% que gelifican en tiempos superiores a los cinco minutos a 65 °C y se utilizan en jaleas, algunas mermeladas, conservas, panadería y en la fabricación de golosinas [13].

1.2.2.d. Porcentaje de metoxilo. El porcentaje de metoxilación determina la característica gelificante de la pectina, mediante la relación entre la masa total de éster metílicos sobre la masa total de la pectina. Las pectinas comerciales pueden formar geles con un contenido del 65% de azúcar, si su contenido de metoxilo está entre el 8 y 11%. Las pectinas se pueden clasificar en dos tipos dependiendo de su contenido de metoxilo, pectinas de alto y bajo metoxilo [14].

Son aquellas en las cuales más del 50% de los grupos carboxilo del ácido galacturónico del polímero se encuentra esterificado con metanol. Estas pectinas son capaces de formar geles en condiciones de pH entre 2,8 y 3,5 y un contenido de sólidos solubles (azúcar) entre 60% y 70%, en promedio 65%. En términos generales y teóricamente, una pectina puede contener un 16% de metoxilo, pero en la práctica se ha encontrado que contiene alrededor del 14%. Por esta razón se ha fijado el 7% de metoxilo (50% de esterificación con metanol) como la línea divisoria para diferenciar las categorías de pectina sobre la base del contenido de metoxilo [16]. Las pectinas de alto metoxilo pueden subdividirse en dos grupos: las de gelificación rápida, o sea menor a cinco minutos y tienen un grado de esterificación con metanol entre el 68 y el 75%. El otro grupo es de gelificación lenta, es decir que se gelifican después de cinco minutos y tienen 60-68% de esterificación con metanol [16].

1.2.2.e. Contenido de ácido galacturónico. El ácido galacturónico es un referente que permite visualizar el grado de pureza de la sustancia péctica, debido a que este polisacárido debe encontrarse constituido en su mayoría por ácido galacturónico en presencia de otros azúcares [18].

1.2.2.f. Solubilidad de la pectina. Las pectinas se disuelven con facilidad en el agua y en otras sustancias como la formamida, dimetilformamida y glicerina caliente, y es insoluble en agentes empleados para su precipitación después de un proceso de hidrólisis por tratamiento de la materia prima, como los solventes orgánicos y soluciones de detergentes. Es importante disolver completamente la pectina para que pueda ser utilizada en su totalidad evitando la formación de geles irregulares y grumos, pues no se rompen con facilidad una vez formados [16].

1.2.2.g. Poder de gelificación. Para la formación de geles es importante la presencia de azúcares dado a la acción deshidratante y cambio en la electronegatividad de las cadenas de la pectina. La cristalización de los fragmentos de la cadena molecular es otro factor indispensable para la gelificación de la pectina, pues puede ser limitada por una red tridimensional en donde se encuentra unida a sustancias como agua, azúcares y otros, mediante puentes de hidrógeno [14]. Esta propiedad puede variar su comportamiento en cuanto a su contenido de metoxilo: para pectinas de bajo metoxilo, se trabaja con bajas cantidades de sólidos solubles y el gel es menos rígido, obteniéndose buenos geles a pH entre 2,5 y 6,5 con un requerimiento de calcio entre 0,01 y 0,1% p/p en base húmeda, si el porcentaje de calcio presenta mayor concentración, puede producirse una sinéresis excesiva. Por otro lado, para las pectinas de alto metoxilo puede dificultar la formación de geles estables a un pH de 3,4 al desesterificarse, al menos, un 40% de los ésteres metílicos con presencia de un 65% en concentración de azúcares. Un exceso en la concentración de azúcar puede desarrollar una cristalización en el almacenamiento [19].

1.2.2.h. Contenido de humedad. El contenido de humedad afecta directamente la estabilidad de la pectina, debido a que, por sus características químicas, permite el crecimiento de microorganismos como hongos. Una pectina húmeda presenta dificultad de pulverizar, se adhiere a superficies y tienen menor estabilidad y tiempo de vida útil. Por otro lado, una pectina seca puede ser resistente a la molienda y presentar un color más oscuro [14].

1.3. Método de extracción de pectina

Existen numerosos procesos de extracción química de pectinas los cuales incluyen dos pasos principales. El primero es la extracción de las paredes celulares mediante hidrólisis, llevada a cabo por ácidos orgánicos como acético, cítrico, láctico, málico, tartárico e inorgánicos como nítrico, clorhídrico, fosfórico y sulfúrico o por agentes quelantes como EDTA, oxalato amónico

o hexametáfosfato sódico. La segunda etapa consiste en el aislamiento de la pectina extraída por precipitación alcohólica. Las pectinas son extraídas a elevadas temperaturas hidrolizando la protopectina mediante una serie de etapas múltiples de procesos físico-químicos, en cuyos procesos de hidrólisis y extracción intervienen diferentes factores, principalmente la temperatura, el pH y el tiempo [21]. Generalmente, la extracción mediante ácidos es la más frecuente y con la que se obtienen mayores rendimientos, mientras que la extracción con quelantes presenta dificultades a la hora de eliminar residuos de quelatos y la extracción alcalina podría disminuir el grado de metoxilación y acetilación del polímero extraído [21].

1.3.1. Extracción por hidrólisis ácida

El método extracción por hidrólisis ácida consiste en someter al sustrato a una cocción en medio ácido, posterior filtración y purificación, con lo cual se logra separar la pectina presente, para luego secarla y molerla hasta tener un fino polvo listo para comercializarlo [22]. La extracción es un paso importante en la recuperación de las pectinas, de las condiciones aplicadas depende su calidad. Igualmente, la composición química es afectada por la fuente vegetal de extracción [23].

1.4. Generalidades de las biopelículas

Las biopelículas pueden formarse utilizando la pectina como materia prima, debido a que es un componente presente en frutas y hortalizas, por lo que es abundante en los desechos agrícolas. Está formada, en su mayoría, por residuos de ácido poligalacturónico interrumpido por enlaces pequeños de ramnosa, son altamente solubles en agua y debido a su flexibilidad molecular otorga amplia deformación a las biopelículas, propiedades similares a las de algunos polímeros sintéticos, sugiriendo así que las películas elaboradas con pectina tendrán buenas propiedades físicas y mecánicas [1].

Una biopelícula se define como una capa fina de material biodegradable que puede usarse como envoltorio de alimentos que controla la migración de humedad, oxígeno, dióxido de carbono y aromas, también incluyen en el sistema alimentario ingredientes como antioxidantes, antimicrobianos y sabores, mejorando la integridad mecánica y de manipulación de los alimentos [25].

Estas pueden incluir en sus formulaciones sustancias activas y por ende las hace ejemplo de envases activos para alimentos. La adición de residuos agroindustriales con buen contenido de lignina y celulosa representa una de las innovaciones en el área de producción de polímeros, pues las películas basadas en compuestos como polisacáridos, proteínas y lípidos presentan propiedades de protección de diversos productos alimenticios mediante el control de la transferencia de fases y en la mejora de revestimientos naturales en frutas y hortalizas [26].

Existen dos procesos principales para la formación de biopelículas. El método “casting” involucra la solubilización o dispersión de los biopolímeros en una solución para formar la película, para después realizar una evaporación del solvente a temperatura y humedad controladas. El segundo método es el “moldeo por compresión” fundamentado en la conducta termoplástica que presentan algunos compuestos como proteínas y polisacáridos bajo niveles de humedad en moldeo por compresión y extrusión, bajo condiciones de presión y temperatura determinadas por un periodo de tiempo [25].

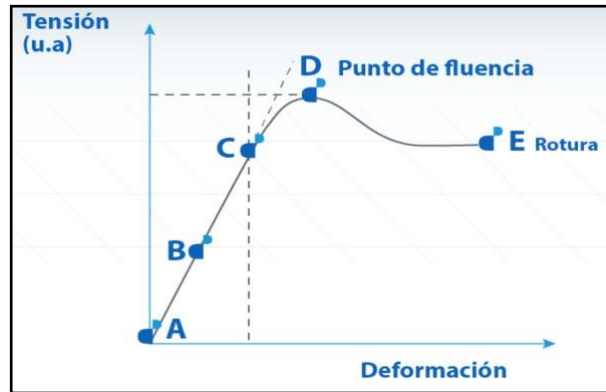
1.4.1. Propiedades de las biopelículas

Conocer las propiedades de las biopelículas es de suma importancia para establecer su aplicación en la industria. Entre las propiedades mecánicas, la resistencia a la tracción y la dureza son esenciales en los materiales de embalaje, ya que deben presentar una adecuada resistencia mecánica para mantener la calidad durante la manipulación del producto [27]. Otra propiedad importante es la solubilidad, ya que se correlaciona con la permeabilidad al vapor de agua (PVA) y condiciona la aplicación de las mismas [28].

1.4.1.a. Resistencia a la tensión. El comportamiento de tensión-deformación es quizás una de las propiedades más importantes para determinar el comportamiento mecánico y resistente de un material isótropo ante tensiones de tracción, permite una idea clara de los dominios de deformación del mismo a lo largo de sus estados de tensión comprendiendo el significado físico de las propiedades mecánicas. A continuación, se ilustra un diagrama tensión-deformación para materiales plásticos [29].

Figura 5.

Diagrama tensión-deformación para materiales plásticos.



Nota. Descripción gráfica del comportamiento de un material plástico teniendo en cuenta la tensión aplicada y la deformación obtenida. Tomado de: PETROCUYO (2019). Petrocuyo, Propiedades Mecánicas [Figura]. Disponible en [<https://n9.cl/w2i2o>]

En la Figura 5 se establece el diagrama de tensión-deformación: entre el punto A y C se identifica el comportamiento elástico de un material, el punto C describe la tensión en el límite proporcional que describe la mayor tensión a la que un material mantiene la carga aplicada sin afectarse la proporcionalidad tensión-deformación. La zona señalada con la letra D identifica el esfuerzo de tracción en la fluencia, donde ocurre el aumento de la deformación a una tensión constante, y la letra E representa la resistencia máxima la cual es la tensión máxima que soporta un material para llegar a la fractura de la muestra [29].

1.4.1.b. Dureza Shore. La dureza es la resistencia a la que se somete un material plástico mediante la compresión e indentación. Esta medición permite establecer distintas especificaciones como la resistencia al rayado, desgaste y abrasión de un material. La dureza Shore mide la resistencia de un objeto a la penetración de una aguja sometida a una fuerza de resorte definida y existen diversas escalas para la medición de esta propiedad dependiendo del tipo de polímero a evaluar como cauchos blandos, materiales esponjosos o celulares, entre otros. La escala más usada es la Shore A, la cual identifica a los materiales flexibles [30].

1.4.1.c. Solubilidad. La solubilidad en agua es una propiedad física importante para determinar si la película se descompone con facilidad, a mayor solubilidad el film resiste menos al agua, es decir que son más susceptibles a degradación, es importante esta propiedad porque indica su funcionalidad es decir si se aplicará en alimentos con humedad alta o baja [31].

Cuando una biopelícula presenta alta solubilidad, es un indicio de una alta PVA, en cambio, cuando la solubilidad es baja, el potencial de estos materiales aumenta otorgando más posibilidades de uso como empaque o plástico [28].

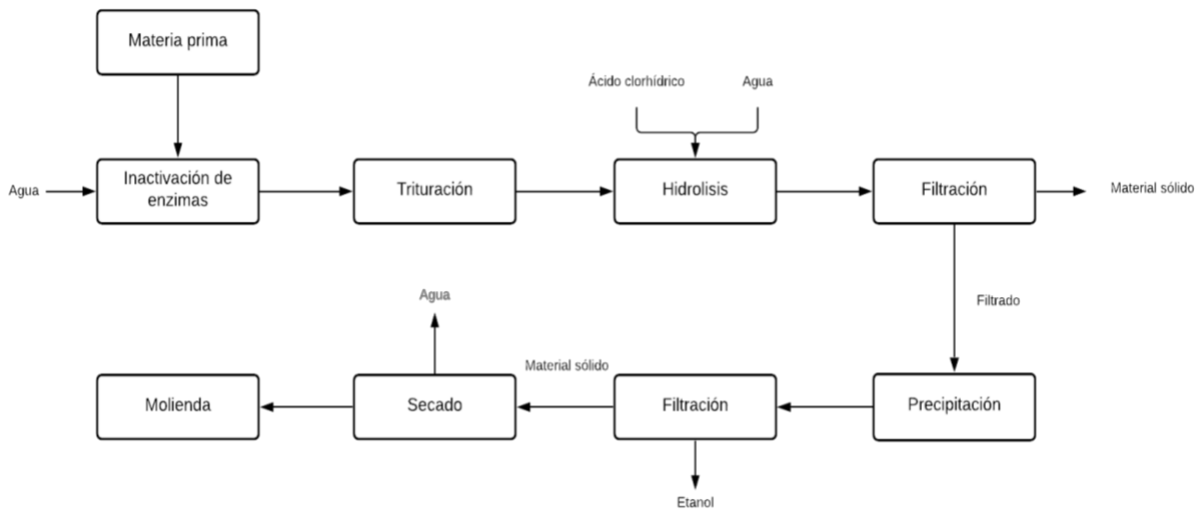
2. METODOLOGÍA

2.1 Obtención de pectina

En este capítulo se describen las actividades realizadas para la extracción de la pectina de la pulpa de café arábica, que fue recolectada en una finca cafetera ubicada en el municipio de Mesitas del Colegio, Cundinamarca. Así también, se explican las pruebas con las cuales se caracterizó dicha pectina. Por último, se explica el procedimiento utilizado para formar la biopelícula y la caracterización de esta.

Figura 6.

Diagrama de bloques de la extracción de pectina de la pulpa de café.



Nota. Etapas del método más utilizado para la extracción de pectina. Tomado de: N, Chiriví y G, Palencia. “Evaluación del proceso de obtención de una biopelícula utilizando pectina extraída enzimáticamente de la cáscara de naranja valenciana”, *Fundación Universidad de América*, agosto 2019.

2.1.1 Preparación de la materia prima: Inactivación de enzimas y trituración

Se recogió la pulpa de café tipo arábica recién despulpada en el municipio de Mesitas del Colegio, Cundinamarca y se llevó a refrigeración hasta que se llevó a cabo la experimentación. Antes de realizar el proceso de hidrólisis ácida, se realizó la inactivación de las enzimas pectinas, ya que esto permite eliminar los microorganismos y suciedades presentes en la pulpa.

En este proceso se realiza un tratamiento térmico, en el cual se utilizó una relación de 300 gramos de materia prima por litro de agua, esta mezcla virtió en un recipiente y se llevó a calentamiento hasta su punto de ebullición, posterior a esto se filtró la materia prima para eliminar el agua utilizada y así proceder a realizar la trituración de la pulpa en un procesador de alimentos, para aumentar su area superficial.

2.1.2 Extracción química

Las condiciones de extracción de la pectina pueden dar lugar a grandes variaciones en la estructura final y por ende en la calidad del producto, según la bibliografía consultada, las variables que más influyen en el proceso de obtención es el pH, el tiempo de extracción y la temperatura.

Tabla 1.

Variables influyentes en la extracción de la pectina.

| Artículo | Autores | Año de publicación | Variables influyentes | %Rendimiento de extracción |
|--|---------------------------------|--------------------|---|----------------------------|
| <i>Extracción y caracterización de pectina de pulpa de café de la variedad Robusta.</i> | C. Serrat-Díaz et al.[33]. | 2018 | pH y tiempo de extracción. | 4,99 – 5,91 |
| <i>Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts.</i> | Yapo et al. [35]. | 2007 | pH y tiempo de extracción. | 4,1 – 16,2 |
| <i>Extracción de pectinas a partir de los subproductos del beneficio del cacao.</i> | L, Betancourt y J, Llano. [34]. | 2009 | pH, tiempo de extracción y tiempo de cocción. | 1,89-5,39 |

| | | | | |
|--|-------------------------|------|--|----------|
| <i>Extracción y caracterización de pectina a partir de residuos de cáscaras de piña (Ananascomosus) por el método de hidrólisis ácida.</i> | E, Ávila. [22]. | 2019 | Temperatura y tiempo de extracción. | 1,15 |
| <i>Optimización de las condiciones de extracción de pectina a partir de cáscara de limón francés (Citrus medica) utilizando la metodología de superficie de respuesta.</i> | R. Baltazar et al.[32]. | 2013 | pH y temperatura de extracción. | 11-52,2 |
| <i>Extracción de pectina de residuos de cáscara de naranja por hidrólisis ácida asistida por microondas (HMO).</i> | V. Zegada. [36] | 2015 | pH y temperatura de extracción. | 2,5-21,1 |
| <i>Isolation of Pectin from coffee pulp Arabica Gayo for the development of matrices membrane.</i> | Z, Helwani et al. [43]. | 2019 | Tiempo y relación p/v de pulpa y ácido cítrico | 7,8 |

Nota: Tabla de las variables influyentes en el proceso de hidrólisis ácida reportadas por diferentes autores.

En un estudio realizado por Baltazar et al. [32] se establece que, a tiempos constantes de extracción y mediante la disminución del pH se produce un incremento en el rendimiento de pectina debido a la hidrólisis en los enlaces de la protopectina, pasando a una pectina soluble. La temperatura también juega un papel fundamental en el proceso donde se proponen valores entre 85°C y 90°C, C. Serrat-Díaz et al. [33] encontraron mejores rendimientos de extracción de pectina de la pulpa de café Robusta a un pH de 1, temperatura de 90°C y un tiempo de 90 minutos, donde se concluyó que el factor que más afectó en el proceso fue la concentración de iones de hidrógeno. En la obtención de pectina de la pulpa de remolacha, Yapó et al. [35] concluyó que el pH era el factor con más influencia en la extracción, así como el tiempo del proceso.

Aparte, en un estudio realizado para la extracción de pectina de cáscara de naranja, V. Zegada [36] generaliza que la degradación de la pectina se da en condiciones de temperatura alta, pH bajo y tiempo elevado de extracción pues se reduce el tamaño de las moléculas y se incrementa la hidrólisis de grupos carboxilo disminuyendo los ésteres metílicos en las cadenas. Bajo condiciones opuestas mencionadas anteriormente, no se hidroliza la cantidad suficiente de pectina disminuyendo el rendimiento. En este mismo artículo, se recomienda utilizar valores entre 1 y 3 de pH, lo que permite la obtención de una alta viscosidad y mayor masa molar. En cuanto a la temperatura, para la extracción de pectina se recomienda valores entre 40°C y 100°C un tiempo de 40 minutos.

Por último, una propiedad que se ve altamente influenciada por la temperatura y el pH de extracción es el grado de esterificación, el cual es muy importante pues se relaciona con la solidificación de las moléculas y la velocidad de gelificación. En la extracción de pectina a partir de cáscara de limón francés hecha por R. Baltazar et al, se observó que a pH de 1,3 y baja temperatura de extracción, incrementa el grado de esterificación; pero manteniendo el pH y aumentando la temperatura de la hidrólisis, el grado de esterificación disminuye; consecuencia de la hidrólisis que se presenta en los enlaces éster de la cadena polimérica de ácido galacturónico [32].

Se realizó un diseño experimental factorial 2^3 , en el cual los 3 factores fueron: pH, tiempo de extracción y temperatura, con 2 niveles cada uno. Cabe resaltar que no se realizó réplicas a los diseños establecidos en la Tabla 2. Los valores escogidos para este diseño experimental se tomaron del artículo científico: “Extracción y caracterización de pectina de pulpa de café de

la variedad Robusta”, realizado por los autores Dr. C. Manuel Serrat-Díaz, Ing. Ángel Daniel De la Fé-Isaac, Lic. José Alberto De la Fé-Isaac, Lic. Cristóbal Montero-Cabrales.

Tabla 2.

Diseño de experimentos 2³.

| Muestra | pH | Tiempo (min) | Temperatura (°C) |
|----------------|-----------|---------------------|-------------------------|
| 1 | 1 | 40 | 60 |
| 2 | 3 | 40 | 60 |
| 3 | 1 | 60 | 60 |
| 4 | 3 | 60 | 60 |
| 5 | 1 | 40 | 90 |
| 6 | 3 | 40 | 90 |
| 7 | 1 | 60 | 90 |
| 8 | 3 | 60 | 90 |

Nota: Valor de pH, temperatura y tiempo de extracción para cada diseño experimental.

La extracción de la pectina contenido en la pulpa de café arábica se realizó mediante una hidrólisis ácida. En un beaker de 2000 mL, se depositaron 200 gramos de pulpa de café ya pretratada y 667 mL de agua desionizada, a la solución se le agregó ácido clorhídrico al 37% hasta obtener un pH de 1 ó 3 dependiendo del diseño de experimento a realizar. Posteriormente, se calentó la solución a la temperatura y durante el tiempo establecido en el diseño de experimentos, el cual se empezó a contar una vez alcanzada dicha temperatura y se mantuvo agitación constante durante el proceso de calentamiento para evitar que el material sólido se sedimente en el fondo del recipiente.

Transcurrido el tiempo de la hidrólisis, se llevó la solución a un proceso de filtración para separar el material sólido de la solución líquida. Al material sólido se le realizó un lavado con 100 mL de agua acidulada para arrastrar todo el material pectido presente en el mismo y así

proceder a la etapa de precipitación, la cual se realizó empleando alcohol etílico al 96%. Una vez realizada la filtración y lavado del material hidrolizado, se utilizó un volumen de metanol correspondiente al 80% del volumen de solución obtenido anteriormente y se dejó en refrigeración durante 48 horas.

Pasado el tiempo de precipitación, la solución fue filtrada siendo el material sólido el producto de interés, pues corresponde al material pectido extraído durante la hidrólisis de la materia prima. La pectina húmeda se depositó en placas de vidrio y se secó a condiciones ambiente durante 48 horas para posteriormente triturlarla y ser usada en los procesos de caracterización.

2.1.3 Determinación del porcentaje de rendimiento de la extracción

Pasado el tiempo de secado, se pesaron las 8 muestras de pectina extraída según las condiciones del diseño de experimento correspondiente y se identificó cuál diseño obtuvo mayor cantidad de pectina.

Ecuación 1. *Determinación del porcentaje de rendimiento de la extracción.*

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{g de pectina-g de materia prima}}{\text{g de materia prima}} * 100$$

2.2 Caracterización de las pectinas obtenidas

2.2.1 Determinación del peso equivalente y acidez libre (AL)

El peso equivalente se determinó mediante la técnica de Owens, que consiste en tomar un vidrio de reloj con una muestra de 500 mg de pectina extraída, adicionarla a un Erlenmeyer de 250 mL con la ayuda de máximo 5 mL de alcohol de 95-96% para humedecer. Posteriormente, se adicionaron 100 mL de agua destilada. Finalmente, se realizó una titulación con NaOH 0.1 N utilizando como indicador 4 gotas de rojo de fenol [18].

Ecuación 2. *Determinación del peso equivalente.*

$$\text{Peso equivalente (Pe)} = \frac{\text{mg de componente ácido}}{\text{mEq A (NaOH)}}$$

Donde:

- mEq A (NaOH): miliequivalente de NaOH utilizados en la titulación

- mg componente ácido: mg de pectina

Ecuación 3. Determinación de la acidez libre.

$$\text{Acidez libre} = \frac{\text{mEq A (NaOH)}}{\text{g de componente ácido}}$$

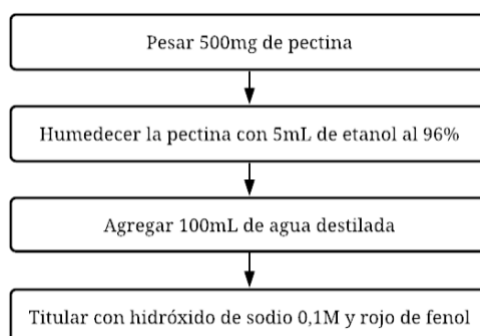
Donde:

- mEq A (NaOH): miliequivalente de NaOH utilizados en la titulación

- g componente ácido: g de pectina

Figura 7.

Determinación del peso equivalente y acidez libre.



Nota. Diagrama de bloques del proceso para determinar el peso equivalente y acidez libre de la pectina extraída. Tomado de: E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [En línea]. Disponible en: [<https://n9.cl/a8ciz>]

2.2.2 Determinación del contenido de metoxilo (ME)

Se determinó con la solución obtenida para la determinación de peso equivalente. En primera instancia se agregaron 25 mL de NaOH 0,1 N. Posteriormente, se colocó un tapón al Erlenmeyer dejándolo en reposo por 30 minutos a temperatura ambiente. Consecutivamente, se adicionaron 25 mL HCl 0,25 N para neutralizar la soda agitando permanentemente. Finalmente, se realizó una titulación utilizando NaOH 0,1 N hasta pH 7,5 cuando la solución vire a rojo por 20 segundos [14].

Ecuación 4. *Determinación del porcentaje de metoxilo.*

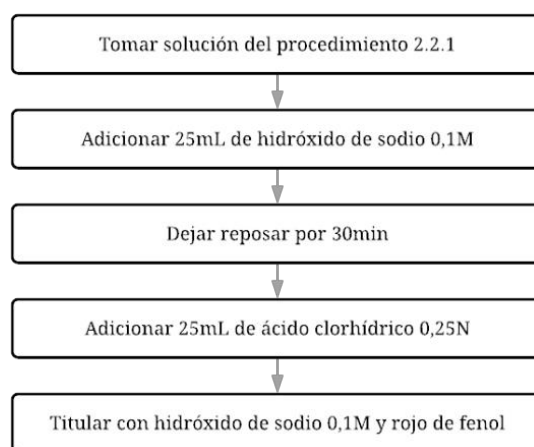
$$\% \text{Metoxilo (Me)} = \frac{\text{mEq B (NaOH)} * 31 * 100}{\text{mg de componente ácido}}$$

Donde:

- 31: peso molecular del metóxilo (CH₃O) expresado en mg/mEq
- mEq B (NaOH): mEq de NaOH utilizados en la titulación
- mg componente ácido: mg de pectina

Figura 8.

Determinación del contenido de metoxilo.



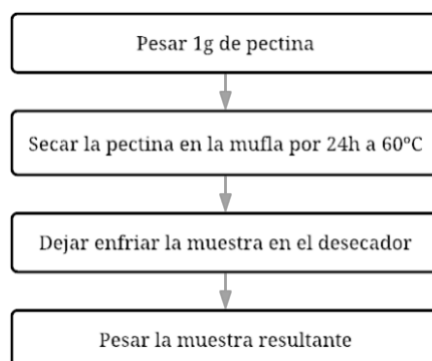
Nota. Diagrama de bloques del proceso para determinar el contenido de metoxilo de la pectina extraída. Tomado de: E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [En línea]. Disponible en: [<https://n9.cl/a8ciz>]

2.2.3 Determinación del porcentaje de humedad

Se pesa 1,0 g de pectina en una pesa sustancias totalmente limpia y seca, se seca a 60°C durante 24 horas, y transcurrido el tiempo se retira el recipiente y se deja enfriar en un desecador con cloruro de calcio con indicador de humedad. Pesar y determinar el porcentaje de humedad, relacionando la pérdida de peso con relación a la sustancia húmeda. La humedad se expresa en p/p (gramos de humedad en 100 gramos de pectina) [14].

Figura 9.

Determinación del porcentaje de humedad.



Nota. Diagrama de bloques del proceso para determinar la humedad de la pectina extraída. Tomado de: E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [En línea]. Disponible en: [<https://n9.cl/a8ciz>]

2.2.4 Determinación del grado de esterificación (GE)

El grado de esterificación se calcula dividiendo los miliequivalentes del hidróxido de sodio gastados en la determinación del contenido de metoxilo por la suma de los miliequivalentes de hidróxido de sodio gastados en la determinación de la acidez libre y los gastados en la determinación del contenido de metoxilo y multiplicando este valor por 100 [14].

Ecuación 5. *Determinación del porcentaje de grado de esterificación.*

$$\text{Grado de esterificación (GE)} = \frac{\text{mEq B (NaOH)}}{\text{mEq A (NaOH)} + \text{mEq B (NaOH)}} * 100$$

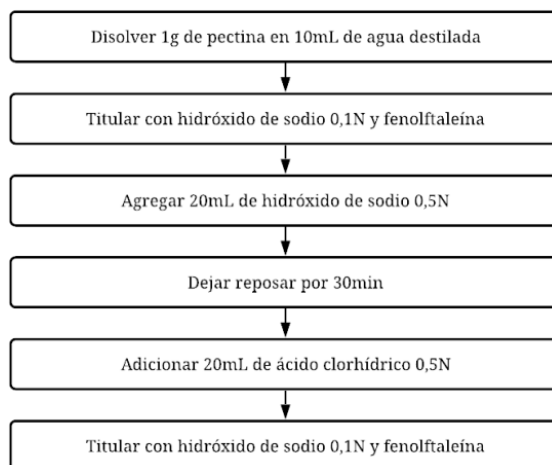
Donde:

- mEq A (NaOH): mEq de NaOH utilizados en la titulación de peso equivalente y acidez

- mEq B (NaOH): mEq de NaOH utilizados en la titulación de %Metoxilo

Figura 10.

Determinación del grado de esterificación.



Nota. Diagrama de bloques del proceso para determinar el grado de esterificación de la pectina extraída. Tomado de: E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [En línea]. Disponible en: [<https://n9.cl/a8ciz>]

2.2.5 Determinación del porcentaje de ácido anhídrido galacturónico

El método consiste en emplear los datos registrados de las titulaciones realizadas para determinar el grado de esterificación anteriormente detallado y calcular los mili equivalente de hidróxido de sodio gastados en cada valoración [37].

Ecuación 6. *Determinación del porcentaje de ácido anhídrido galacturónico.*

$$\% \text{Ácido Anhídrido Galacturónico} = \frac{176 * 100 - (\text{mEq B (NaOH)} - \text{mEq A (NaOH)})}{\text{mg componente ácido}}$$

Donde:

- 176: peso molecular del ácido anhídrido galacturónico expresado en mg/mEq
- mEq A (NaOH): mEq de NaOH utilizados en la titulación de peso equivalente y acidez
- mEq B (NaOH): mEq de NaOH utilizados en la titulación de %Metoxilo
- mg componente ácido: mg de pectina

2.3 Obtención de las biopelículas

Se elaboró la biopelícula haciendo uso del método “casting” o vaciado en caja, que tiene como ventajas la distribución de espesor uniforme y máxima pureza óptica. Las biopelículas elaboradas por este método poseen una excelente planitud y estabilidad dimensional. Además de lo anterior, se escogió este método ya que se podía realizar sin necesidad de equipos. Se tuvo en cuenta la metodología planteada por K. Arévalo et al en el artículo “Películas biodegradables a partir de residuos de cítricos: propuesta de empaques activos” [47], en donde primero se preparan las soluciones formadoras y luego la biopelícula mediante la técnica mencionada anteriormente.

2.3.1 Elaboración de las soluciones formadoras

Se disolvieron en agua destilada a una temperatura de 23 °C y mediante agitación manual, el alcohol polivinílico, el glicerol, el benzoato de sodio y la pectina extraída molida, hasta obtener una solución homogénea. En donde el alcohol polivinílico actúa como el polímero, el glicerol como plastificante y el benzoato de sodio como conservador [26].

A continuación, se muestra la formulación planteada para la elaboración de la biopelícula tomando como referencia el artículo “Películas biodegradables a partir de residuos de cítricos: propuesta de empaques activos” por K. Arévalo et al.

Tabla 3.*Composición de la biopelícula.*

| | Alcohol polivinílico | Glicerol | Benzoato desodio | Pectina extraída |
|----------|----------------------|----------|------------------|------------------|
| % | 45,80 | 26 | 2,20 | 26 |
| Masa (g) | 40,51 | 23 | 1,95 | 23 |

Nota. Porcentaje másico y cantidades utilizadas de cada compuesto para la elaboración de la biopelícula.

Para la elaboración de biopelículas, es importante incluir en la formulación un plastificante que genere cohesión en las cadenas poliméricas y aumente la movilidad molecular [69] reforzando así las propiedades mecánicas de la misma, debido a que las películas en sí son frágiles, poco elásticas y quebradizas. La configuración química de los plastificantes permite la creación de puentes de hidrógeno en las cadenas poliméricas de la biopelícula reduciendo la posibilidad de fracturas y rigidez. El glicerol, sorbitol y maltiol son los más utilizados en las formulaciones [70].

Para la formulación de la biopelícula a base de pectina de café, se utilizó glicerol debido a que es un plastificante hidrofílico compatible con el material polimérico de la película y confiere la capacidad de absorber moléculas polares [71].

2.3.2 Elaboración de las biopelículas

Se prepararon las películas mediante la técnica de vaciado (casting), para lo cual, una vez disueltos los componentes de las formulaciones, se vaciaron en placas de vidrio, previamente lavadas y desengrasadas y se dejaron a temperatura ambiente para su curado. Las películas fueron recuperadas manualmente y colocadas entre hojas de papel bond para su almacenamiento [26]. La biopelícula se secó al aire libre por 24 horas.

Figura 11. Diagrama de bloques del proceso de elaboración de la biopelícula.



Nota. Etapas del método elegido para la elaboración de la biopelícula a partir de la pectina extraída de la pulpa de café Arábica. Tomado de: K. Arévalo *et al.* “Películas biodegradables a partir de residuos de cítricos: propuesta de empaques activos”, *Revista Latinoamericana de Biotecnología Ambiental y Algal*, serie 1, pp. 124-134, 2010.

2.3.3 Caracterización de las biopelículas

2.3.2.a. Grosor. Se tuvo en cuenta la metodología empleada por K. Arévalo *et al.*, para medir el grosor de la biopelícula se cortó una probeta de 6x4 cm, y se realizó la medición con un micrómetro en 5 puntos diferentes de la biopelícula [26].

2.3.2.b. Solubilidad. Se utilizaron 3 muestras y se registraron sus pesos iniciales, posteriormente se colocaron en un vaso de precipitados con 240mL de agua destilada con agitación continua de 125 rpm a una temperatura de 60 °C por 2 horas. Después de esto fueron secadas y pesadas para determinar el porcentaje de materia soluble, el cual se calculó con la siguiente ecuación [67].

Ecuación 7. Determinación del porcentaje de solubilidad.

$$\% \text{Solubilidad} = \frac{\text{Peso inicial seco} - \text{Peso final seco}}{\text{Peso inicial seco}} * 100$$

2.3.2.c. Dureza Shore A. Se realizó el ensayo de dureza Shore A según la norma ASTM D-2240. Este método de prueba basa en la penetración de un tipo específico de indentador cuando se fuerza en el material en condiciones específicas. La dureza de la indentación está inversamente relacionada con la penetración y depende del módulo elástico y del comportamiento viscoelástico del material. La geometría del indentador y la fuerza aplicada influyen en las medidas de tal manera que no existe una relación simple entre las medidas obtenidas con un tipo de durómetro y las obtenidas con otro tipo de durómetro u otros

instrumentos utilizados para medir la dureza. Este método de prueba es una prueba empírica destinada principalmente a fines de control. No existe una relación simple entre la dureza de indentación determinada por este método de prueba y cualquier propiedad fundamental del material probado [38].

El durómetro Shore "A" se utiliza para medir materiales elastoméricos que son de naturaleza relativamente blanda, como un sellador de silicona o poliuretano [39].

2.3.2.d. Resistencia a la tensión. Se realizó un ensayo de resistencia a la tracción según la norma ASTM D-412. Para la medición en un material de tipo elastómero, se requiere utilizar un extensómetro para ejecutar con mayor precisión la elongación o estiramiento durante la fuerza aplicada; la prueba consiste en sujetar cada extremo de la muestra y se procede a estirla a una velocidad constante hasta quebrar la probeta. A medida que se ejerce el estiramiento se va midiendo la fuerza necesaria para el mismo. La norma ASTM D-412 no solo establece las condiciones de ensayo para medir la elasticidad de elastómeros moldeados y troquelados, sino también, exige que las muestras no hayan sido sometidas a estrés en la medición de otras propiedades diferente a la que se piensa medir [40], [41].

3. RESULTADOS

3.1 Obtención de pectina

3.1.1 Extracción química

Se realizó el pretratamiento de la pulpa de café, con el fin de inactivar las pectinas pectinesterasas, las cuales hidrolizan los grupos éster metílicos, liberando metanol y generando pectinas de menor grado de metoxilación; inactivando también las poligalacturonasas, que tienden a romper el enlace glucosídico entre moléculas galacturónicas, despolimerizando la cadena a fracciones más cortas, la inactivación evita que la muestra madure mientras se realizan los diferentes ensayos experimentales para la obtención de la pectina [42].

Figura 12.

Pretratamiento de la pulpa de café.



Nota. Fotografía de la pulpa de café Arábica en el proceso de tratamiento térmico.

Para aumentar el área superficial de contacto es recomendable reducir el tamaño de la pulpa de café, que se va a usar en el proceso de extracción. Este proceso se realizó por lotes de 100g de materia prima con ayuda de un procesador de alimentos Oster durante 2 minutos realizando intermitencia.

Figura 13.

Trituración de la pulpa de café.



Nota. Fotografía de la pulpa de café Arábica triturada.

En el proceso de hidrólisis ácida se debe mantener controlado el pH, ya que es la variable más influyente en el rendimiento de la extracción para la obtención de la pectina. El tiempo y la temperatura también son variables importantes en el proceso, pero no tienen la misma influencia que el pH.

Figura 14.

Proceso de hidrólisis ácida de la pulpa de café.



Nota. Fotografías del proceso de hidrólisis ácida de la pulpa de café Arábica.

Figura 15.

Proceso de precipitación.



Nota. Fotografías de la etapa de precipitación de pectinas al comienzo, después de 5 minutos y al pasar las 48 horas.

Figura 16.

Secado de la pectina extraída.



Nota. Fotografías de la pectina extraída al comienzo y al final del proceso de secado, respectivamente.

La pectina extraída después de secarse se tornó de un color más oscuro y se endureció, lo cual dificultó su molienda, ya que se realizó de forma manual.

Figura 17.

Molienda de la pectina.



Nota. Fotografía de la pectina molida extraída de la pulpa de café.

3.1.2 Rendimiento de la extracción

De los 8 diseños realizados, el rendimiento más alto fue del 5,39 %, el cual correspondió al diseño 5, cuyas condiciones fueron pH 1, temperatura 90 °C y 40 min de extracción. En la siguiente tabla se exponen los redimiento de extracción que se obtuvieron por cada diseño.

Tabla 4.

Rendimiento de los diseños de experimentos en la extracción química.

| Diseño | Temperatura (°C) | Tiempo (min) | pH | %Rendimiento |
|---------------|-------------------------|---------------------|-----------|---------------------|
| 1 | 60 | 40 | 1 | 5,21 |
| 2 | 60 | 40 | 3 | 4,87 |
| 3 | 60 | 60 | 1 | 3,11 |
| 4 | 60 | 60 | 3 | 2,53 |

| | | | | |
|---|----|----|---|------|
| 5 | 90 | 40 | 1 | 5,39 |
| 6 | 90 | 40 | 3 | 3,73 |
| 7 | 90 | 60 | 1 | 4,81 |
| 8 | 90 | 60 | 3 | 2,55 |

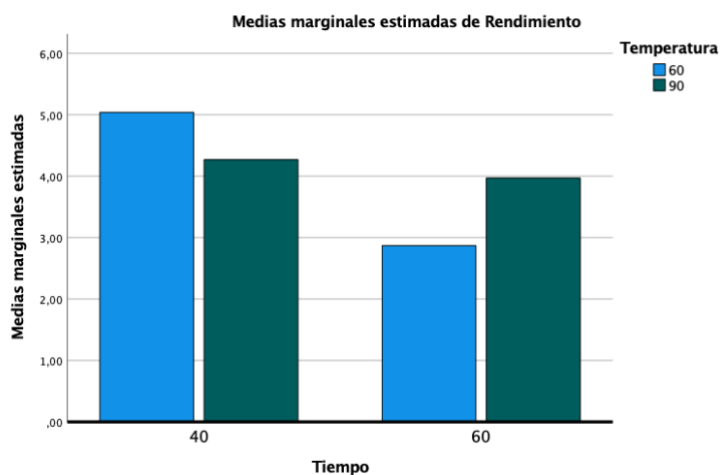
Nota. Tabla de los resultados obtenidos para el porcentaje de rendimiento de extracción de los 8 diseños de experimentos realizados.

Según los valores reportados en la bibliografía consignados en la Tabla 1, el rendimiento de extracción varió del 2,53% al 5,39% el cual, el mejor porcentaje de rendimiento de extracción de la pulpa de café Arábica fue de 5,39%, cuyas condiciones de operación fue a pH 1, temperatura de 90°C y tiempo de 40 minutos, este valor es cercano al rendimiento reportado para la extracción de pectina de café de variedad Robusta.

Un factor que pudo influir significativamente en los bajos rendimientos presentados en el proceso de extracción es la madurez de la materia prima. Durante el proceso de maduración, se realiza una descomposición de la protopectina presente en la pared celular mediante su despolimerización y solubilización por acción enzimática. Al aumentar esta actividad enzimática, la calidad y el contenido de la pectina presente en la materia prima disminuye afectando significativamente propiedades como su capacidad de gelificar, el grado de metoxilación, grado de esterificación y viscosidad [75].

Figura 18.

Medias marginales estimadas de rendimiento (tiempo y temperatura).

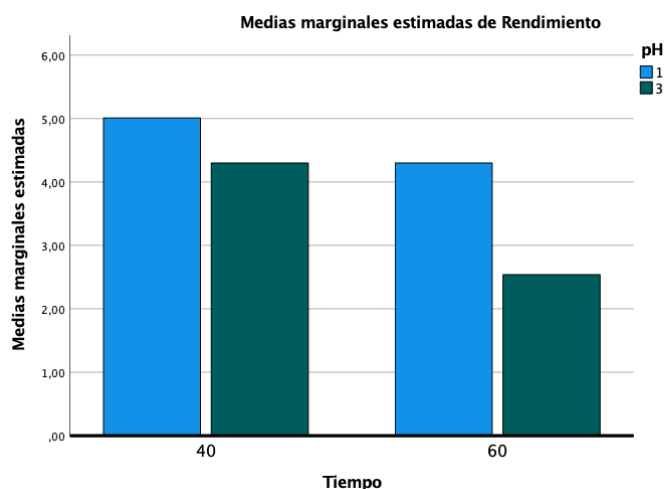


Nota. La gráfica muestra las medias de los rendimientos a los dos valores de pH utilizados, en función del tiempo y temperatura de extracción.

Los resultados mostrados en la Figura 17 indican que el tiempo de 40 minutos de extracción genera porcentajes de rendimiento mayores a diferencia de realizar el proceso a 60 minutos. En función de la temperatura, se observa que a 90°C no existe una gran diferencia de rendimiento extrayendo a 40 o 60 minutos, ambos resultados rodean una media marginal del 4%. En contraste, a una temperatura de 60°C, los rendimientos de extracción presentan una variación de aproximadamente 2% con respecto al tiempo ejercido en el proceso.

Figura 19.

Medias marginales de rendimiento (tiempo y pH).



Nota. La gráfica muestra las medias de los rendimientos a los dos valores de temperatura utilizados, en función del tiempo y pH de extracción.

La Figura 18 permite evidenciar el efecto del pH al desarrollar las extracciones, mostrando que el valor de pH de 1 muestra mayor rendimiento (5%). Eso indica que el pH favorece la hidrólisis de las cadenas de carbohidratos, permitiendo su liberación de las células vegetales.

3.2. Caracterización de las pectinas obtenidas

3.2.1. Determinación del peso equivalente (PE) y la acidez libre (AL)

El resultado obtenido para el peso equivalente corresponde a 3706,13 mg/mEq, con desviación estándar de 261,97 mg/mEq, valor alto en comparación a pectinas extraídas de fuentes cítricas que presentan valores entre 528-2740 mg/mEq. El peso equivalente, según se relaciona con el contenido de metoxilo y el grado de esterificación, donde pectinas con valores bajos de peso equivalente indican menor porcentaje de contenido de metoxilo y grado de esterificación [44]. Para la pectina extraída de la pulpa de café en el presente trabajo, la información anterior concuerda con los resultados obtenidos; al presentar un valor de peso equivalente fuera del límite superior de lo establecido por la literatura, se obtienen porcentajes del contenido de metoxilo y grado de esterificación relativamente altos, 14,43% y 94,48% correspondientemente.

El peso equivalente tiene una relación directamente proporcional a la capacidad de formación de geles de una pectina, en donde a mayor peso equivalente mayor será la capacidad de la misma para gelificar y mayor será la fuerza del gel ya que esta característica condiciona su rigidez o firmeza, característica esencial para la elaboración de biopelículas [45].

Ecuación 8. *Promedio del peso equivalente de la pectina extraída.*

$$\text{Peso equivalente (Pe)} = \frac{\frac{503,6\text{mg}}{1,4\text{mL} \cdot 0,09\text{N}} + \frac{500,4\text{mg}}{1,4\text{mL} \cdot 0,09\text{N}} + \frac{506,3\text{mg}}{1,4\text{mL} \cdot 0,09\text{N}}}{3}$$

$$\text{Peso equivalente (Pe)} = 3706,13 \frac{\text{mg}}{\text{mEq}}$$

$$\text{Desviación estándar} = 261,97 \frac{\text{mg}}{\text{mEq}}$$

La pectina extraída de la pulpa de café presentó un valor de 0,27 mEq/g de acidez libre con una desviación estándar de 0,02 mEq/g, que representa los radicales carboxilos libre en la cadena de la misma. Según la bibliografía consultada, el peso equivalente y la acidez libre están relacionadas, a mayor peso equivalente, menor será el porcentaje de acidez libre en la pectina, además, los valores establecidos para una pectina comercial de gelificación rápida confieren valores aproximados de 3602,1 mg/mEq y 0,28 mEq/g de peso equivalente y acidez libre correspondientemente, valores muy aproximados a los obtenidos para la pectina extraída de la pulpa de café [18].

Ecuación 9. *Promedio de la acidez libre de la pectina extraída.*

$$\text{Acidez libre (Al)} = \frac{\frac{1,40\text{mL} \cdot 0,09\text{N}}{0,5036\text{g}} + \frac{1,40\text{mL} \cdot 0,09\text{N}}{0,5004\text{g}} + \frac{1,40\text{mL} \cdot 0,09\text{N}}{0,5063\text{g}}}{3}$$

$$\text{Acidez libre (Al)} = 0,27 \frac{\text{mEq}}{\text{g}}$$

$$\text{Desviación estándar} = 0,02 \frac{\text{mEq}}{\text{g}}$$

3.2.2. Determinación del porcentaje de metoxilo (ME)

El porcentaje de metoxilo (ME) de la pectina extraída de la pulpa de café arábigo fue del 14,43% mayor al 7%, valor que ha sido fijado como la línea divisoria para diferenciar una pectina de bajo y alto contenido de metoxilo. Teniendo en cuenta lo anterior, se puede clasificar como pectina de alto metoxilo. Este resultado también indica que la pectina es de gelificación rápida, es decir que forma geles con contenido de sólidos solubles (azúcar) entre 60% y 70%.

Ecuación 10. *Promedio del porcentaje de metoxilo de la pectina extraída.*

$$\% \text{Metoxilo (Me)} = \frac{\frac{(25,7 + 34,7 + 24,9)\text{mL}}{3} * 0,09\text{N} * 31}{\frac{(502,2 + 500,1 + 501,7)\text{mg}}{3}} * 100$$

$$\% \text{Metoxilo (Me)} = 14,43\%$$

$$\text{Desviación estándar} = 0,28 \%$$

3.2.3. Determinación del porcentaje de humedad

El contenido de humedad es un indicativo de la pureza de la pectina extraída dado a la posibilidad existente de presentarse metabolitos bacterianos que puedan influir en la degradación del producto a obtener. La pectina extraída de la pulpa de café presentó humedad del 8,08%, valor que se encuentra dentro de los parámetros establecidos para una pectina comercial reportada con un valor menor o igual al 12% registrada en la literatura. La humedad resultante es relativamente baja, lo que permite establecer la estabilidad de la pectina disminuyendo la posibilidad del crecimiento de microorganismos [37].

Ecuación 11. *Promedio del porcentaje de humedad de la pectina extraída.*

$$\% \text{Humedad} = \frac{(1 - 0,9192) \text{ g}}{1 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{Humedad} = 8,08\%$$

3.2.4. Determinación del grado de esterificación (GE)

El grado de esterificación permite establecer la relación entre el contenido de ácido galacturónico esterificado y el total presente en la pectina, determinando la propiedad gelificante de la misma y su aplicación. Según M. Mantilla [45] las pectinas con un alto contenido de metoxilo tienen un GE mayor al 50% y las pectinas con bajo contenido de metoxilo tienen un GE menor al 50%; lo que concuerda con los resultados obtenidos para la pectina extraída de la pulpa de café cuyo porcentaje de metoxilo fue del 14,43%, clasificando la pectina de alto contenido y presentando un GE del 94,48% con una desviación estándar del 0,46%, resultado que permite establecer que la pectina extraída es soluble en agua y confiere propiedades de gelificación rápida, lo que confiere rigidez al gel y estabilidad en la calefacción, permitiendo que no sea fundido [72].

Ecuación 12. Promedio del porcentaje de grado de esterificación de la pectina extraída.

Grado de esterificación

$$= \frac{\frac{(25,7 + 24,7 + 24,9)\text{mL}}{3} * 0,09\text{N}}{\frac{(1,4 + 1,4 + 1,6)\text{mL}}{3} * 0,09\text{N} + \frac{(25,7 + 24,7 + 24,9)\text{mL}}{3} * 0,09\text{N}} * 100$$

$$\text{Grado de esterificación} = 94,48\%$$

$$\text{Desviación estándar} = 0,46 \%$$

3.2.5. Determinación del ácido anhídrido galacturónico

El resultado obtenido para el porcentaje de ácido anhídrido galacturónico fue del 17,60% con una desviación estándar del $4,8 \times 10^{-5}\%$, este valor es relativamente bajo, lo cual puede ser consecuencia del pH ácido de la extracción, teniendo en cuenta que esto favorece la metoxilación de los grupos carboxilo de las cadenas. Además de esto, el contenido de ácido anhídrido galacturónico es indicativo del grado de pureza; y teniendo en cuenta el valor obtenido, la pectina extraída tiene una pureza baja, comparada con los datos encontrados en la bibliografía. Vriesmann et al. citados por Mendoza [18], mencionan que el bajo grado de pureza puede ser porque la pectina no está constituida solamente por ácido D- galacturónico dentro de su estructura, ya que se encuentran, en menor proporción, otros azúcares, como arabinosa, glucosa

y ramnosa; además, la posible presencia de residuos de cáscara del proceso de filtrado disminuye su pureza. Por otro lado, Mendoza [18] cita a Vriesmann et al. y a Adidako et al., quienes explican la razón por la que la pectina mostró una coloración café oscura, lo que indica la presencia de otras sustancias polifenólicas o metabolitos secundarios, como catequinas, leucocianidinas y taninos, que no se solubilizaron en el proceso de separación de la pectina en la solución péctica, otorgando esta coloración, requiriendo realizar procesos de purificación, implementando lavados con etanol, debido a que la pectina no es soluble en esta sustancia, mientras que estos metabolitos, se pueden extraer con agua o combinaciones con alcohol o por centrifugación.

Ecuación 13. Promedio del porcentaje de ácido galacturónico de la pectina extraída.

$$\begin{aligned} & \% \text{Ácido Anhídrido Galacturónico} \\ & = \frac{176 * 100 - \left(\left(\frac{(25,7 + 24,7 + 24,9) \text{mL}}{3} * 0,09\text{N} \right) - \left(\frac{(1,4 + 1,4 + 1,6) \text{mL}}{3} + 0,09\text{N} \right) \right)}{1000\text{mg}} \end{aligned}$$

$$\% \text{Ácido Anhídrido Galacturónico} = 17,60\%$$

$$\text{Desviación estándar} = 4,8 \times 10^{-5}\%$$

Tabla 5. Tabla comparativa de la caracterización de pectinas extraídas de otras fuentes.

| Propiedad | Pectina de la cáscara de naranja [37] | Pectina de la cáscara del fruto de cacao [18] | Pectina de la pulpa de café robusta [33] | Pectina extraída de la pulpa de café arábica |
|---|--|--|---|---|
| <i>Peso equivalente (mg/mEq)</i> | 1082,91 | 5091,4 | - | 3706,13 |
| <i>Acidez libre (mEq/g)</i> | 0,94 | 0,20 | - | 0,27 |
| <i>Metoxilo (%)</i> | 5,74 | 1,58 | - | 14,43 |
| <i>Humedad (%)</i> | 3,98 | - | - | 8,08 |

| | | | | |
|--|-------|------|------|-------|
| Grado de esterificación (%) | 81,48 | 72 | 81 | 94,48 |
| Ácido anhídrido galacturónico (%) | 17,57 | 12,5 | 87,8 | 17,60 |

Nota. Comparación de la caracterización realizada a pectinas extraídas de diferentes fuentes agrícolas.

En el artículo [37] se realizó la extracción de pectina a partir de la cáscara de naranja valenciana por método enzimático donde se obtuvo un rendimiento del 12,41% a temperatura de 40°C por un periodo de 7 horas, en cuanto a la caracterización, se destacó una pectina de bajo metoxilo y de alto grado de esterificación que fortalece el gel, además, según el peso equivalente, la pectina extraída de la cáscara del limón francés está muy por debajo del valor establecido para pectinas comerciales de gelificación lenta (2702,9 mg/mEq) y presenta bajo grado de pureza al contener un 17,57% de ácido anhídrido galacturónico.

La extracción de pectina de la cáscara del fruto del cacao presentado en el artículo [18] realizada por hidrólisis ácida a condiciones de pH 2, temperatura de 90°C y tiempo de 60 minutos, obteniendo un rendimiento máximo del 13%. Según la caracterización fisicoquímica realizada, se concluyó una pectina de bajo metoxilo y gelificación lenta al presentar un grado de esterificación mayor al 60%, característica que no concordó con el peso equivalente resultante de 5091,4 mg/mEq, el cual es mayor en comparación con las pectinas comerciales de gelificación rápida (3602,1 mg/mEq), lo que pudo deberse a la presencia de residuos de cáscara de cacao o sustancias polifenólicas, por último, presentó un 12,5% de ácido anhídrido galacturónico, indicativo de una baja pureza.

En un estudio realizado a la pectina de pulpa de café variedad robusta expuesta en el artículo [33], se realizó la extracción por medio ácido, donde el mejor rendimiento fue del 8,73% a condiciones de pH 1, temperatura de 90°C y tiempo de 90 minutos. En cuanto a la caracterización, la pectina presentó un contenido de ácido anhídrido galacturónico del 87,8%, indicativo de buena calidad y pureza. El grado de esterificación fue del 81% que establece la posibilidad de formar geles firmes en presencia de azúcares a concentraciones altas. En este trabajo se concluyó que el pH fue la única variable con mayor influencia durante el proceso de extracción de la pectina.

En cuanto a la pectina extraída de la pulpa de café Arábica, presentó propiedades muy cercanas a las establecidas en la literatura para pectinas comerciales de alto contenido de metoxilo y de gelificación rápida, como lo son el peso equivalente y la acidez libre . Este tipo de pectinas permiten la formación de geles con un contenido de azúcar entre 60 y 70° Brix a condición de pH entre 2,8 y 3,5. Por su alto grado de esterificación, se evidencian dos condiciones importantes: la interacción hidrofóbica será mayor lo que permite la dureza del gel y mayor será la estabilidad a temperaturas elevadas.

3.3. Obtención de las biopelículas

3.1.3 Síntesis de las biopelículas

En la elaboración de la biopelícula, fue necesario humedecer la pectina debido a que se secó rápidamente al ambiente y por ende se tornó muy dura, lo que dificulta la mezcla con los otros componentes para el proceso. Al incorporar los componentes, la mezcla empezó a endurecerse, por tal motivo se llevó a calentamiento a una temperatura aproximada de 45°C por un minuto para poder ser vaciadas en una placa con las dimensiones necesarias para llevar a cabo los ensayos de dureza y tensión siguiendo las normas correspondientes para cada uno. Como se ilustra en la Figura 20, se obtuvieron biopelículas a partir de la pectina extraída anteriormente de la pulpa de café Arábica de apariencia heterogénea, opacas debido al color de la pectina pulverizada que se observa en la Figura 16, flexible y presenta dos texturas diferentes a cada lado de la biopelícula, un lado liso y otro rugoso.

El glicerol fue utilizado para la formulación de la biopelícula, es cual es el platificante más popular para la producción de películas biodegradables debido a su alta disponibilidad, bajo costo, presenta compatibilidad con una amplia gama de materiales, ofrece buena elasticidad a las películas sin reducir significativamente la resistencia a la tensión, pero tiene dos inconvenientes: no reduce la permeabilidad al vapor de agua y es higroscópico, afectando el rango de aplicación de las biopelículas [1].

Figura 20.

Obtención de la biopelícula.



Nota. Fotografías de una lámina de biopelícula obtenida desde diferentes ángulos.

3.1.4 Resultados de pruebas de caracterización

Para la realización de los ensayos de dureza y tensión, las biopelículas elaboradas fueron enviadas a Parabor Colombia, compañía que comercializa materias primas, maquinaria y equipos de laboratorio para la industria de plástico, caucho, adhesivos y recubrimientos. Las probetas fueron cortadas según las especificaciones de las normas ASTM D-2240 y ASTM D-412 establecidas para los equipos utilizados para llevar a cabo las pruebas.

3.3.2.a Grosor. El grosor de la biopelícula fue determinado por las probetas que se necesitaban para realizar el ensayo de dureza y de resistencia a la tensión. Por otro lado, con los resultados obtenidos en la Tabla 6 se demuestra que la biopelícula tiene un grosor medio de 3,223mm, propiedad física que también puede depender de la concentración de materiales y composición química del mismo. El grosor puede variar por la cantidad y tipo de aditivos, así como la mezcla

de componentes que pueden ocasionar la interacción de grupos orgánicos activos generando interacciones atómicas [26].

Tabla 4.

Grosor de la biopelícula.

| Punto | Grosor (mm) |
|---------------------|--------------------|
| 1 | 3,201 |
| 2 | 3,251 |
| 3 | 3,201 |
| 4 | 3,256 |
| 5 | 3,207 |
| Media | 3,220 |
| Desviación Estándar | 0, 028 |

Nota. Valores reportados en la medición del grosor de la lámina de biopelícula obtenida.

3.3.2.b. Solubilidad. Esta propiedad es de gran importancia para determinar la funcionalidad de la biopelícula. La resistencia al agua de las biopelículas portadoras de antimicrobianos es deseable para mantener la integridad de la biopelícula si la misma debe utilizarse para la conservación de alimentos de humedad intermedia a alta [46]. Una biopelícula antimicrobiana con pobre resistencia al agua se disuelve rápidamente en contacto con altos contenidos de humedad, provocando que la biopelícula libere el agente antimicrobiano [46]. Sin embargo, estas coberturas podrían utilizarse en alimentos listos para consumir donde es deseable un alto porcentaje de solubilidad en la boca [47].

Tabla 5.

Valores de solubilidad de la biopelícula.

| Muestra | % Solubilidad |
|---------------------|----------------------|
| 1 | 34,49 |
| 2 | 35,16 |
| 3 | 33,19 |
| Media | 34,28 |
| Desviación Estándar | 1,002 |

Nota. Resultados obtenidos en la prueba de solubilidad de las tres probetas de la biopelícula elaborada con la pectina extraída de la pulpa de café Arábica.

En este estudio, la biopelícula presentó 34,28% de solubilidad, por lo que demostró ser soluble, ya que la mayoría de componentes de la biopelícula son hidrofílicos, lo que hace que la biopelícula se disuelva con mayor facilidad en agua. Este valor obtenido es cercano a los valores expuestos por otros autores. Como se citó en [73], en el estudio realizado por López, García y Zartizky, quienes compararon la solubilidad de filmes bioplásticos, hechos a partir de almidón de maíz, en función del contenido de plastificante y variación de temperatura, concluyendo que tanto el aumento del plastificante como el de temperatura incrementaba de igual forma la solubilidad, los rangos de solubilidad encontrados oscilaban entre 2% y 28%; otro ejemplo que se destaca es el estudio realizado por Laohakunjit y Noomhorm, quienes elaboraron filmes bioplásticos de almidón de arroz y evaluaron el comportamiento de la solubilidad con respecto al contenido de plastificante, puntualizando que un aumento en la concentración de plastificante (glicerol y sorbitol), incrementa la solubilidad, el valor de solubilidad estaba entre 15% y 25%; por último, en la investigación llevada a cabo por Chiumarelli y Hubinger, quienes analizaron la solubilidad de cuatro formulaciones diferentes de bioplásticos hechos a partir de almidón de yuca, encontraron valores de solubilidad desde 27% hasta 43% .

Teniendo en cuenta lo anterior, esta biopelícula no podría ser utilizada como empaque para alimentos con alto contenido de humedad. Sin embargo, la solubilidad alta y su biocompatibilidad las hacen candidatas a funcionar como recubrimientos comestibles de alimentos de baja humedad, vehículos de compuestos bioactivos, por ejemplo en recubrimientos con antioxidantes o antimicrobianos en donde es deseable que éstos difundan fácilmente del recubrimiento al alimento, películas o partículas con bioactivos en donde éstos deben liberarse una vez disuelta la partícula o película (vehículos de fármacos, probióticos, etc), entre otras aplicaciones [47].

3.3.2.c. Dureza. Para caracterizar la biopelícula, se realizó un ensayo de dureza según la norma ASTM D-2240 a la biopelícula obtenida. Esta prueba se realiza para determinar el comportamiento viscoelástico del material, y además sirve como indicativo de la resistencia al rayado, desgastey abrasión. Se debe tener en cuenta que la biopelícula que se elaboró no pasó por proceso de extrusión o moldeo por inyección, procesos que cambian el nivel de cristalinidad y orientación de las fibras del material; características que tienen influencia en la dureza de la biopelícula. Los resultados obtenidos se encuentran en la tabla presentada a continuación.

Tabla 6.

Resultados del ensayo de dureza realizado a la biopelícula.

| Dureza | Unidad |
|---------------------|---------|
| | Shore A |
| No. 1 | 40 |
| No. 2 | 42 |
| No. 3 | 43 |
| Media | 41,67 |
| Desviación Estándar | 1,527 |

Nota. Datos reportados de dureza en la escala shore A para las probetas de la biopelícula.

La dureza Shore, utilizando la escala Shore A o Shore D, es el método preferido para los cauchos y los elastómeros termoplásticos, y también se utiliza habitualmente para los plásticos "más blandos" como las poliolefinas, los fluoropolímeros y los vinilos [65]. Teniendo en cuenta lo anterior, los resultados expuestos en la Tabla 8 y lo consultado en la bibliografía, la biopelícula obtenida es de tipo blando utilizado en materiales de caucho como las bandas elásticas que presentan durezas entre 25A y 35A y sellos de caucho con 50A.

Según la bibliografía consultada, existen diferentes materiales poliméricos con valores de dureza cercanos al obtenido, uno de ellos es el elastómero termoplástico SEBS (Styrene-ethylene-butylene-styrene), que se comporta como un caucho sin sufrir vulcanización, presentando una dureza de 49 Shore A y una resistencia a la tensión aproximada de 24,44 MPa. Este material es similar al caucho natural y se utiliza en la industria como sustitución del PVC en la fabricación de elementos como juguetes, tapones y artículos para el hogar.

3.3.2.d. Resistencia a la tensión. Con el fin de determinar el cambio en el comportamiento mecánico del biopolímero, se realizó un ensayo de tracción a dos probetas elaboradas a partir de la pectina extraída de la pulpa de café bajo las condiciones establecidas por la norma ASTM-D412 mediante el método A, el cual se utiliza para evaluar dicha propiedad mecánica en muestras de tipo mancuerna. En la Tabla 9 se observan los resultados obtenidos en el procedimiento y en la Figura 18 el diagrama fuerza vs alargamiento que interpreta los mismos.

Tabla 7.

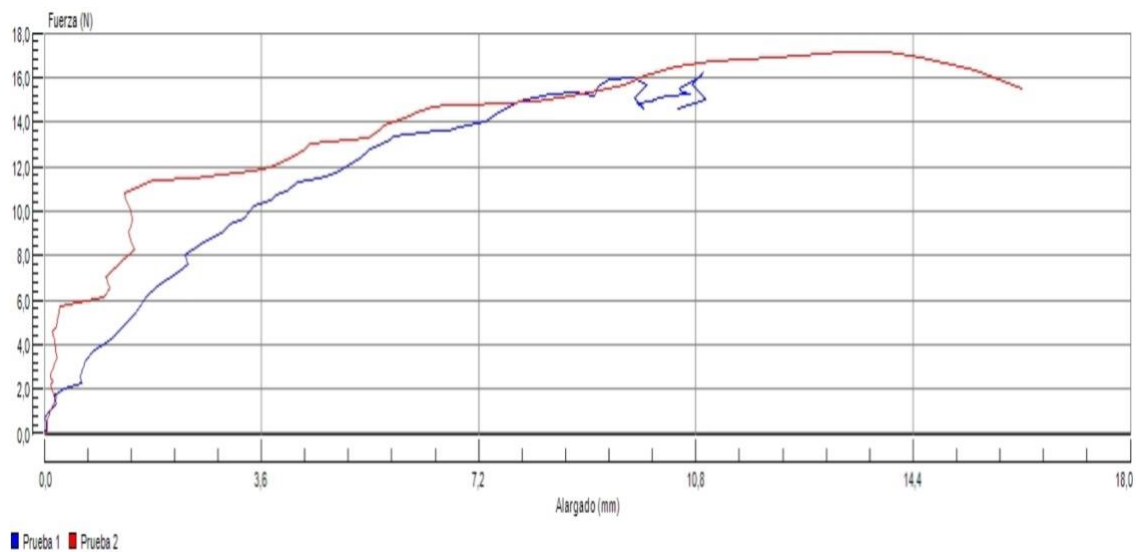
Resistencia a la tensión de la biopelícula.

| Probeta | Tensión(N/mm²) | Esfuerzo (%) |
|---------------------|----------------------------------|---------------------|
| 1 | 0,588 | 42,95 |
| 2 | 0,595 | 52,05 |
| Media | 0,591 | 47,50 |
| Desviación Estándar | 0,003 | 4,55 |

Nota. Resultados obtenidos para las dos probetas utilizadas en el ensayo de tracción.

Figura 21.

Diagrama Fuerza vs. Alargamiento.



Nota. Descripción gráfica del comportamiento de la biopelícula al ser sometida a un ensayo de tensión.

Teniendo en cuenta que los valores mínimos aceptables del ensayo de tracción especificados en la norma ASTM-D412 oscilan entre 14 y 24 MPa [48], la biopelícula elaborada no cumple con la norma dado a los resultados registrados en la Tabla, donde se observa que la resistencia a la tensión promedio es de 0,591 MPa. Lo anterior permite establecer que las propiedades mecánicas en cuanto a tracción de la biopelícula producida son deficientes en comparación a los plásticos de uso comercial. Un factor que pudo influir en las propiedades mecánicas es el porcentaje del plastificante; puede existir un comportamiento inverso entre la cohesividad y las propiedades mecánicas, donde se puede afectar propiedades como la cristalinidad del material [37]. Aparte, la pectina utilizada en la formulación no estaba totalmente pulverizada, lo que pudo influir debido a que no se homogenizó por completo afectando la matriz de la película.

El resultado del ensayo de tensión (0,591 Mpa) representa un valor muy bajo en relación a los polímeros más usados en la industria, el polietileno de baja densidad (LDPE) es uno de los polímeros más conocidos en la industria y es el material que presenta menor valor de resistencia a la tensión en un rango de 6,2-17,2 MPa, rango que rechaza el valor obtenido para la biopelícula.

Según la gráfica de la Figura 18, la biopelícula presenta dos fases antes del punto de ruptura, una primera fase corresponde a un comportamiento elástico y el segundo comportamiento al plástico. La curva que observa en el diagrama permite establecer que la biopelícula elaborada presenta un comportamiento plástico mucho mayor con respecto a la fase elástica, por ende confiere propiedades deformables permanentemente.

Por último, cabe resaltar que, a pesar de que la biopelícula elaborada en el presente trabajo presenta propiedades de dureza similares a cauchos utilizados en la industria, no es posible destinar su uso a dichas aplicaciones por la insuficiencia de otras propiedades mecánicas como la resistencia a la tensión. En comparación con el SEBS, existe una gran similitud en valores de dureza Shore A, tal como se describió en el apartado 3.3.2.3. En cuanto a la resistencia a la tensión, ambos materiales difieren en sus valores, presentando 0,591MPa para la biopelícula y 24,44 MPa para el SEBS.

En el artículo [74] se elaboró una biopelícula formulada a base de cáscara de naranja, pectina y glicerina donde el ensayo de resistencia a la tensión presentó un valor máximo de 5,92 MPa bajo la formulación del 35% de pectina, 40% de glicerina y 25% de cáscara de naranja. En este trabajo se expone que dicha propiedad aumenta a medida que se adiciona glicerina y pectina. Cabe resaltar que, en comparación al presente trabajo, sólo se usó 26% de la pectina extraída de la pulpa de café, factor que pudo afectar en la propiedad de resistencia a la tensión.

Por otro lado, una biopelícula realizada a partir de la pectina extraída de la cáscara de naranja expuesto en el artículo [37] presentó una resistencia a la tensión promedio de 0,0446 y 0,0457 MPa, lo que llevó a concluir que las propiedades mecánicas de la película formada son deficientes en comparación con polímeros convencionales. Cabe resaltar que, en su producción, se incluyó agua, almidón de yuca, carbonato de sodio, polvo de naranja, glicerina y pectina, realizando diferentes formulaciones en cuanto al contenido de los compuestos nombrados. La baja resistencia a la tensión se les atribuyó a posibles acumulaciones de pectina y almidón en puntos específicos de la matriz.

A pesar de que la biopelícula elaborada a partir de pectina extraída de café arábica no presentara propiedades mecánicas eficientes para emplearse como sustituto de un polímero comercial, puede destinarse como recubrimientos de alimentos bajos en contenido de humedad. También existen materiales de industria farmacéutica que presentan resistencia a la tensión bajos como

los apósitos convencionales. La gasa reporta valores promedios de 0,038 MPa, apósitos de alginato presenta resistencia mecánica de 0,003MPa y otro apósito de hidrofibra de hidrocoloide posee una resistencia a la tensión de 0,044 MPa [37].

4. CONCLUSIONES

Mediante la revisión bibliográfica, se logró establecer las variables más influyentes en el proceso de extracción de pectina para poder llevar a cabo la formulación del diseño de experimentos; el pH, la temperatura y el tiempo del proceso afectan en gran proporción el rendimiento y la calidad del producto final.

Se realizó la extracción y purificación de pectina de la pulpa de café tipo Arábica, utilizando el método de hidrólisis ácida bajo condiciones de pH 1 y temperatura de 90°C durante 40 minutos con agitación constante. Se obtuvo un rendimiento máximo del 5,39% en base seca, valor aceptable del rango establecido en el artículo de C. Serrat-Díaz et al.

La caracterización de la pectina presentó 3 706,13 mg/mEq de peso equivalente, 0,27 mEq/g de acidez libre, 14,43% de contenido de metoxilo, 8,08% de humedad, 94,48% de grado de esterificación y 17,60% de ácido anhídrido galacturónico; las cuales permitieron establecer que se obtuvo una pectina de alto metoxilo, de gelificación rápida, soluble en agua y baja pureza, esta última por la posible presencia de otros azúcares en la estructura.

Se demostró que se puede obtener una biopelícula a partir de la pectina extraída de la pulpa de café Arábica mediante la técnica de casting, presentando propiedades de solubilidad del 34,28%, haciéndola soluble en agua; una dureza Shore A de 41,67 que la clasifica como material blando y una resistencia a la tensión de 0,591 MPa, valor deficiente para sustituir polímeros comerciales según las especificaciones de la norma ASTM D-412.

La biopelícula elaborada presentó propiedades mecánicas deficientes como para la sustitución de polímeros comerciales, sin embargo, puede ser utilizada en la elaboración de apósitos destinados en la industria farmacéutica y recubrimientos de alimentos con poca humedad.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] E. Alata *et al.* (2019). “Biopelículas producidas con cáscara de naranja y reforzadas con celulosa bacteriana”, *Revista de la Sociedad Química del Perú*, Vol. 85. [En línea]. Disponible en [\[http://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v85n2/a10v85n2.pdf?fbclid=IwAR1d03-ZmfrxfTw-VNqTxgrGvvqiAz93nuVDpGEoamQblgSPtGEk_FwWiEI\]](http://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v85n2/a10v85n2.pdf?fbclid=IwAR1d03-ZmfrxfTw-VNqTxgrGvvqiAz93nuVDpGEoamQblgSPtGEk_FwWiEI)
- [2] L. Peñaranda *et al.* “Aprovechamiento de residuos agroindustriales en Colombia”, *Revista de Investigación Agraria y Ambiental*, Vol. 8, No. 2, pp. 141-150, febrero 2017.
- [3] Y. Fernández *et al.* (2020). “Impactos ambientales de la producción del café, y el aprovechamiento sustentable de los residuos generados”, *Revista Producción + Limpia*, Vol. 15, No. 1. [En línea]. Disponible en [\[http://www.scielo.org.co/pdf/pml/v15n1/1909-0455-pml-15-01-93.pdf?fbclid=IwAR18TVCaEy0n7423eWy22Gxno5-3f16EmySZPEGKz3LxoHsnrgLKallaw0\]](http://www.scielo.org.co/pdf/pml/v15n1/1909-0455-pml-15-01-93.pdf?fbclid=IwAR18TVCaEy0n7423eWy22Gxno5-3f16EmySZPEGKz3LxoHsnrgLKallaw0)
- [4] M. Acevedo y I. Peñaloza. (2021). “Evaluación de la extracción de azúcares presentes en la pulpa de café residual para la obtención de bioproductos”, *Fundación Universidad de América*. [En línea]. Disponible en [\[https://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/8302/1/6152663-2021-1-IQ.pdf?fbclid=IwAR2YAXZUrfF8l6Zp5XJyPK5l7rhtV4mOjXUyXuH1PkaUb3TpPvz9qD3sXbY\]](https://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/8302/1/6152663-2021-1-IQ.pdf?fbclid=IwAR2YAXZUrfF8l6Zp5XJyPK5l7rhtV4mOjXUyXuH1PkaUb3TpPvz9qD3sXbY)
- [5] J, Devia. “Proceso para producir pectinas cítricas”, *Revista Universidad EAFIT*. Vol. 129; pp. 21-29, enero 2002.
- [6] J, Arcila *et al.* “Sistemas de producción de café en Colombia”, *Cenicafé*, mayo 2007.
- [7] A. Heeger *et al.* “Bioactives of coffee Cherry Pulp and its utilization for production of Cascara beverage”, *Food Chemistry*, Vol. 221, pp. 969-975, april 2017.
- [8] P. Esquivel y V. Jiménez. “Functional properties of coffee and coffee by-products”, *Food Research International*, Vol. 46, Iss. 2, pp. 488-495, may 2012.

- [9] M. Geremu *et al.* “Extraction and determination of total polyphenols and antioxidant capacity of red coffee (*Coffea arabica* L.) Pulp of wet processing plants”, *Chemical and Biological Technologies in Agriculture*, Vol. 3, No. 25, may 2016.
- [10] L. Rodríguez *et al.* “Soluble and Bound Hydroxycinnamates in Coffee Pulp (*Coffea arabica*) from Seven Cultivars at Three Ripening Stages”, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 62, pp. 7869-7876, july 2014.
- [11] A. Duangjai *et al.* “Comparison of antioxidant, antimicrobial activities and chemical profiles of three coffee (*Coffea arabica* L.) Pulp aqueous extracts”, *Integrative Medicine Research*, Vol. 5, pp. 324-331, december 2016.
- [12] S. Martínez *et al.* “Extractos de pulpa de café: Una revisión sobre antioxidantes polifenólicos y su actividad antimicrobiana”, *Investigación y Ciencia de la Universidad Autónoma de Aguascalientes*, Vol. 27, No. 77, pp. 73-79, agosto 2019.
- [13] A, Muñoz. (2016). “Caracterización de pectinas industriales de cítricos y su aplicación como recubrimientos de fresas”, *Consejo Superior de Investigaciones Científicas*. [En línea]. Disponible en [https://digital.csic.es/bitstream/10261/176559/1/LabradorTFMpectinasfresas.pdf]
- [14] E, Cabarcas *et al.* (2012). “Extracción y caracterización de pectina a partir de cáscaras de plátano para desarrollar un diseño general del proceso de producción”, *Universidad de Cartagena*. [PDF]. Disponible en [https://repositorio.unicartagena.edu.co/bitstream/handle/11227/109/Trabajo%20de%20grado-Extraccion%20y%20caracterizacion%20de%20pectina%20a%20partir%20de%20cascaras%20de%20platanos%20para%20desarrollar%20un%20diseño%20general%20del%20proceso%20de%20producción.pdf?sequence=1&isAllowed=y]
- [15] N, Chasquibol *et al.* (2008). “Extracción y caracterización de pectinas obtenidas a partir de frutos de la biodiversidad peruana”, *Ingeniería Industrial*. Vol. 26; pp 175-199. [En línea]. Disponible en [https://www.redalyc.org/pdf/3374/337428492010.pdf]

- [16] S, Ferreira. (2007). “Pectinas: aislamiento, caracterización y producción a partir de frutas tropicales y de los residuos de su procesamiento industrial”, *Universidad Nacional de Colombia*. [En línea]. Disponible en [\[http://ciencias.bogota.unal.edu.co/fileadmin/Facultad_de_Ciencias/Publicaciones/Archivos_Libros/Libros_Farmacia/Pectinas/pectinas.pdf\]](http://ciencias.bogota.unal.edu.co/fileadmin/Facultad_de_Ciencias/Publicaciones/Archivos_Libros/Libros_Farmacia/Pectinas/pectinas.pdf)
- [17] R, Seshadri *et al.* “Ultrasonic processing influences rheological and optical properties of high-methoxyl pectin dispersions”, *Food Hydrocolloids*, volumen 17, pp. 191-197, marzo 2003.
- [18] L, Mendoza *et al.* (2017). “Evaluación de la pectina extraída enzimáticamente a partir de las cáscaras del fruto de cacao (*Theobroma cacao* L.)”, *Revista U. D. C. Actualidad & Divulgación Científica*. Vol. 20; pp. 131-138. [En línea]. Disponible en [\[http://www.scielo.org.co/pdf/rudca/v20n1/v20n1a15.pdf\]](http://www.scielo.org.co/pdf/rudca/v20n1/v20n1a15.pdf)
- [19] T, Matute. (2019). “Evaluación de la pectina extraída de la cáscara de la chirimoya (*Annona cherimola*), determinando su capacidad de modificador reológico”, *Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca*. [En línea]. Disponible en [\[https://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/18451/1/UPS-CT008702.pdf\]](https://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/18451/1/UPS-CT008702.pdf)
- [20] P, Methacanon *et al.* “Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties”, *Food Hydrocolloids*, volume 35, pp 383-391, marzo 2014.
- [21] S, Levigne *et al.* “Characterization of pectins extracted from fresh sugar beet under different conditions using an experimental design”, *Carbohydrate Polymers*, volume 49, pp. 145-153, Agosto 2002.
- [22] E, Ávila. (2019). “Extracción y caracterización de pectina a partir de residuos de cáscaras de piña (*Ananas comosus*) por el método de hidrólisis ácida”, *Universidad Nacional Abierta y a Distancia*. [En línea]. Disponible en [\[https://repository.unad.edu.co/bitstream/handle/10596/28389/ecavilag.pdf?sequence=1&isAllowed=y\]](https://repository.unad.edu.co/bitstream/handle/10596/28389/ecavilag.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
- [23] G, Guerrero *et al.* (2016). “Implementación de un método de extracción de pectina obtenida del subproducto agroindustrial cascarilla de cacao”, *Temas Agrarios*. Vol. 22; pp.

85-90. [En línea]. Disponible en [file:///C:/Users/Asus/Downloads/919-Texto%20del%20art%C3%ADculo-2431-4-10-20171031%20(1).pdf]

[24] H. Gutiérrez y R. De la Vara, *Análisis y Diseño de Experimentos*, 2012.

[25] D. Escobar *et al.* (2009) “Películas biodegradables y comestibles desarrolladas en base a aislado de proteínas de suero lácteo: estudio de dos métodos de elaboración y del uso de sorbato de potasio como conservador”, *Revista del Laboratorio Tecnológico del Uruguay*. Vol. 4; pp. 33-36. [En línea]. Disponible en [https://catalogo.latu.org.uy/opac_css/doc_num.php?explnum_id=462]

[26] K. Arévalo *et al.* “Películas biodegradables a partir de residuos de cítricos: propuesta de empaques activos”, *Revista Latinoamericana de Biotecnología Ambiental y Algal*, serie 1, pp. 124-134, 2010.

[27] F. Del Angel. (2019). “Películas para el recubrimiento de alimentos base pectina, alginato y quitosano”, *Instituto Tecnológico de Ciudad Madero*. [En línea]. Disponible en [http://repositorio.tecnm.mx:8080/jspui/bitstream/123456789/395/1/PEL%C3%8DCULAS%20PARA%20RECUBRIMIENTO%20DE%20ALIMENTOS%20BASE%20PECTINA%20CALGINATO%20Y%20QUITOSANO.pdf?fbclid=IwAR3eHcJZRry7jK5IRKIwG9D_JrN84GNifW1zmK5dQOS1be6JVhAbOZ9l2oI]

[28] O. Neira. (2015). “Evaluación de propiedades de transporte y mecánicas de biopelículas a base de almidón de Jicama (*Pachirhizus Erosus* L. Urban) y Maíz (*Zea Mays*)”, *Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro*. [En línea]. Disponible en [http://repositorio.uaaan.mx:8080/xmlui/bitstream/handle/123456789/7679/63741%20%20NEIRA%20ESPIRICUETA,%20OLGA%20ESTEFANIA%20%20TESIS.pdf?sequence=1&fbclid=IwAR3EqSqUYiuskaL-B5TPVFgBlQauXlzAr4JeBkd1GutHz5NRQzfyrojX9AA]

[29] “Propiedades mecánicas”, *Petrocuyo*. [En línea]. Disponible en: <http://www.petrocuyo.com/es/tecnologia/el-polipropileno/propiedades-mecanicas?fbclid=IwAR1eeFOXXFCEDD3EGWOSVQtoCGNXqTUG15k3sdLeLwXnHespix6LiGFZCI> [Accedido: 23-abr-2021]

- [30] “Dureza Shore”, *Miner Elastomer Products Corporation*. [En línea]. Disponible en: https://www.minerelastomer.com/es/technical-data/caracteristicas-de-tecspak/comparacion-dureza-shore-hasta-shore-d/?fbclid=IwAR2QwN8HXGF0sVTRmnWOwXVVPyMN594NUs0XIIyWo4ycFay0huWLR_NjXh8 [Accedido: 6-may-2021]
- [31] E. López *et al.* (2019). “Cuantificación y evaluación de la calidad de pectina extraída de cáscaras en tres variedades de mango (*Mangifera indica* L.) de la región mixteca baja poblana”, *Revista Ingeniantes*. Vol. 1, No. 1, pp. 85-91. [PDF]. Disponible en: <https://citt.itsm.edu.mx/ingeniantes/articulos/ingeniantes6no1vol1/11%20Cuantificacion%20y%20evaluacion%20de%20la%20calidad%20de%20pectina%20extraida%20de%20cascaras.pdf>
- [32] (2021). “Manual estructuración del trabajo de grado”, *Fundación Universidad de América*. [PDF]. Disponible en: https://drive.google.com/file/d/1H0Y8hWqrXZUI1tZSGwjFgvt_pPQDjy8J/view
- [33] L. Germania. (2020). “Comparación de la solubilidad y elasticidad en biopelículas elaboradas a partir de harina y almidón de *Musa acuminata* y *Zea mays*”, *Universidad Nacional de Chimborazo*. [En línea]. Disponible en [<http://dspace.unach.edu.ec/bitstream/51000/7189/2/TESIS-BIOPELICULAS-A-BASE-DE-HARINA-Y-ALMIDON-DE-BANANO-Y-MAIZ-NEGRO.pdf?fbclid=IwAR1-Txrxj6y3h4ZhA4y-1Xy-gXQ3sAEMSWWg7kbEACfhZCf9bPS9pkLkEBdM>]
- [34] R, Flores. “Optimización de las condiciones de extracción de pectina a partir de cáscara de limón francés (*Citrus medica*) utilizando la metodología de superficie de respuesta”, *Agroindustrial Science*, Vol. 3, No. 2, julio 2013.
- [35] C. Serrat-Díaz *et al.* (2018). “Extracción y caracterización de pectina de pulpa de café de la variedad Robusta”, *Revista Cubana de Química*. Vol. 30; pp 522-538. [En línea]. Disponible en [<http://scielo.sld.cu/pdf/ind/v30n3/ind11318.pdf>]

- [36] L, Betancourt y J, Llano. (2009). “Extracción de pectinas a partir de los subproductos del beneficio del cacao”, *Universidad EAFIT*. [En línea]. Disponible en [https://core.ac.uk/download/pdf/47237189.pdf]
- [37] B, Yapo. “Effect of extraction conditions on the yield, purity and Surface properties of sugar beet Pulp pectin extracts”, *Food Chemistry*, Vol. 100, Iss. 4, pp. 1356-1364, 2007.
- [38] V. Zegada. (2015). “Extracción de pectina de residuos de cáscara de naranja por hidrólisis ácida asistida por microondas (HMO)”, *Universidad Privada Boliviana*, Vol. 1, No. 15, pp. 65-76. [En línea]. Disponible en [http://www.scielo.org.bo/pdf/riyd/v1n15/v1n15_a07.pdf?fbclid=IwAR2CqjRW111UTy9K3s45B2iA-kljrHo2wcHyi83XyKh8eOF6qT6EALW9yko]
- [39] N, Chiriví y G, Palencia. “Evaluación del proceso de obtención de una biopelícula utilizando pectina extraída enzimáticamente de la cáscara de naranja valenciana”, *Fundación Universidad de América*, agosto 2019.
- [40] ASTM D2240-15 (2021), Método de prueba estándar para las propiedades del caucho — Dureza del durómetro, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2021, www.astm.org
- [41] “Shore Hardness (ASTM D-2240)”, *Pecora Corporation*. [En línea]. Disponible en [https://www.pecora.com/wp-content/uploads/2015/12/PEC-188-Shore-A-vs-Shore-D-Hardness-4-19-2013-rev.-MDM.pdf?fbclid=IwAR0vW_rvGJUTHHTiv0Lv619rKcTd-6L-NgaIfekijVfXmw6MrGrong0CfyhI]
- [42] ASTM D412-16 (2021), Métodos de prueba estándar para elastómeros termoplásticos y caucho vulcanizado — Tensión, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2021, www.astm.org
- [43] “Caucho”, *Erica Aislamiento – Estanqueidad*. [En línea]. Disponible en: http://www.ericas.es/mecanica-de-los-cauchos/?fbclid=IwAR0gnU3eedyDRdRYfrxPfi_uPFA-SQfUfzkfLNTZn7Cw_awY2OTDF5trKAg [Accedido: 3-may-2021]

- [44] K. Calderon. (2017). “Obtención y caracterización de pectina a partir de la cáscara de cacao (*Theobroma cacao* L.) variedad CCN – 51 procedente del distrito de Pajarillo – provincia de Mariscal Cáceres”, *Universidad Nacional de San Martín – Tarapoto*. [En línea]. Disponible en [<http://repositorio.unsm.edu.pe/bitstream/handle/11458/3132/FIAI%20-%20Kally%20Mariza%20Calderon%20Upiachihua.pdf?sequence=1&isAllowed=y&fbclid=IwAR32hPaDdM2kCjpNO5it1GYyj71j05TN-TnxVZfXAUOBugJFZwBvx36ABc>]
- [45] U. Hasanah *et al.* (2019). “Isolation of Pectin from coffee Pulp Arabica Gayo for the development of matrices membrane”, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Vol. 523. [En línea]. Disponible en [<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/523/1/012014/pdf?fbclid=IwAR3hIS1M7Jt0Ff9pqWSuLOZTn8ROXVpgqzMqiGXZ56ZXhQNvAtsy8abKH5E>]
- [46] H, Barazarte. (2006). “Uso potencial de la cáscara de cacao (*Theobroma cacao* L.)”, *Universidad Simón Bolívar*. [En línea]. Disponible en [https://docplayer.es/85482706-Universidad-simon-bolivar-decanato-de-estudios-de-postgrado-maestria-en-ciencia-de-los-alimentos-trabajo-de-grado.html?fbclid=IwAR0gnU3eedyDRdRYfrxPfi_uPFA-SQfUfzklLNTZn7Cw_awY2OTDF5trKAg]
- [47] M. Mantilla. (2020). “Caracterización de pectina extraída a partir de residuos de fruta”, *Universidad de los Andes*. [En línea]. Disponible en [<https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/49095/u833818.pdf?sequence=1&fbclid=IwAR2HDeB7udKIw5JDNiukAiOKFrJXAGmlxHoWY70z3QL5XGm903eyFGeymke>]
- [48] M. Ozdemir y J. Floros. “Optimization of edible whey protein films containing preservatives for water vapor permeability, water solubility and sensory characteristics”, *Journal of Food Engineering*, Vol. 86, pp. 215-224, 2007.
- [49] J. Escobar. (2020). “Elaboración y caracterización de biopelículas elaboradas con quitosano y adicionadas con partículas de almidón”, *Universidad Autónoma del Estado de México*. [En línea]. Disponible en

[<http://ri.uaemex.mx/bitstream/handle/20.500.11799/109321/TESIS.pdf?sequence=1&isAllowed=y&fbclid=IwAR3uLvZryrHV14FGlt0aqDZxuIP9nPoGuyeXYpfVVR1QzpE1coqmQ8LcreQE>]

- [50] “Prueba de resistencia a la tracción de guantes de goma quirúrgica”, *Mecmesin*. [En línea]. Disponible en: https://www.mecmesin.com/es/publications/prueba-de-resistencia-la-traccion-de-guantes-de-goma-quirurgica?fbclid=IwAR2QwN8HXGF0sVTRmnWOwXVVPyMN594NUs0XIIyWo4ycFay0huWLR_NjXh8 [Accedido: 3-may-2021]
- [51] “Acidez”, *Instituto Nacional del Cáncer*. [En línea]. Disponible en: <https://www.cancer.gov/espanol/publicaciones/diccionario/def/acidez> [Accedido: 8-sep-2020]
- [52] “Mecánica de Materiales I”, *Universidad de los Andes*. [En línea]. Disponible en: http://www.ula.ve/facultad-ingenieria/images/mecanica/Mecanica_Materiales/I/Tema1.pdf [Accedido: 3-may-2021]
- [53] “Una mirada a los bioplásticos y su uso en envases sustentables”, *Comunicarse*. [En línea]. Disponible en: <https://www.comunicarseweb.com/hubs/una-mirada-los-bioplasticos-y-su-uso-en-envases-sustentables> [Accedido: 8-sep-2020]
- [54] A. García. (2020). “Diseño innovador para la obtención y caracterización de un bioplástico utilizando como materia base la fibra de la cáscara de coco y papaya”, *ITCA FEPADE*. [En línea]. Disponible en [<https://www.itca.edu.sv/wp-content/uploads/2021/02/01-Quimica-bioplastico-fibra-de-coco-Ebook.pdf>]
- [55] C. Lenin y P. Quisanga. (2011). “Simulación, diseño y construcción, de moldes para extruir mezclas de plástico de desecho mas fibras, para extrusoras del laboratorio de mecánica de materiales”, *Escuela Politécnica del Ejército*. [PDF]. Disponible en [<http://repositorio.espe.edu.ec/xmlui/bitstream/handle/21000/4893/T-ESPE-032961.pdf?sequence=1&isAllowed=y>]
- [56] “Esterificación”, *Edumedia Sciences*. [En línea]. Disponible en: <https://www.edumedia-sciences.com/es/media/701-esterificacion> [Accedido: 8-sep-2020]

- [57] “Extracción”. (2012). *Química Orgánica*. [En línea]. Disponible en: <http://www.quimicaorganica.net/extraccion.html> [Accedido: 8-sep-2020]
- [58] “Conceptos básicos de filtración”, *SartoriusStedim Biotech*. [En línea]. Disponible en: http://www.bdcint.com.do/wp-content/uploads/2017/06/Conceptos-basicos-de-filtracion_Pharm_vDS_Junio-2016.pdf [Accedido: 8-sep-2020]
- [59] “Gelificación”, *Google Sites*. [En línea]. Disponible en: <https://sites.google.com/site/cocina4ingenieros/ciencia-y-tecnologia/tecnicas/gelificacin> [Accedido: 8-sep-2020]
- [60] “Hidrólisis”. (2021) *Concepto.de*, [En línea]. Disponible en: <https://concepto.de/hidrolisis/#ixzz6qjAJ1V2I> [Accedido: 3-may-2021]
- [61] “Qué es la polimerización”, *losadhesivos.com*. [En línea]. Disponible en: <https://www.losadhesivos.com/polimerizacion.html> [Accedido: 3-may-2021]
- [62] “Precipitación”, *Google Sites*. [En línea]. Disponible en: http://www.ub.edu/oblq/oblq%20castellano/precipitacio_fonament.html# [Accedido: 8-sep-2020]
- [63] “Ramnosa”, *Academic*. [En línea]. Disponible en: <https://es-academic.com/dic.nsf/eswiki/985127> [Accedido: 8-sep-2020]
- [64] “Rendimiento”. (2012). *Definición.de*. [En línea]. Disponible en: <https://definicion.de/rendimiento/> [Accedido: 3-may-2021]
- [65] “Qué es Solubilidad”. (2018). *Significados*. [En línea]. Disponible en: <https://definicion.de/rendimiento/> [Accedido: 8-sep-2020]
- [66] J. E. Braham y R. Bressani. (1978). “Pulpa de café: composición, tecnología y utilización”, *Centro Internacional de Investigación para el Desarrollo*. [PDF]. Disponible en: [\https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUK_E_wi6_bp325ryAhXUVTABHaR6CMEQFnoECAUQAaw&url=https%3A%2F%2Fidl-

[bnc- idrc.dspace.org/bitstream/handle/10625/4722/FIDL-4722.pdf?sequence=3D1&usg=AOvVaw0UpYRaMOr9si4RRVAeH8zv](https://idrc.dspace.org/bitstream/handle/10625/4722/FIDL-4722.pdf?sequence=3D1&usg=AOvVaw0UpYRaMOr9si4RRVAeH8zv)

- [67] “¿Cómo se mide la dureza del caucho?”, J-Flex Rubber Products. [En línea]. Disponible en: <https://www.j-flex.com/es/how-is-rubber-hardness-measured-what-does-shore-hardness-mean/> [Accedido: 4-may-2020]
- [68] R. Alves *et al.* “Handbook of Coffee Processing By-Products Sustainable Applications” Edited by C. Galanakis, Research & Innovation Department, Galanakis Laboratories, Chania, Greece, 2017.
- [69] H. Palma-Rodríguez, *et al.* (2017). “Caracterización parcial de películas biodegradables elaboradas con almidón de plátano y proteínas séricas de la leche”. [PDF]. Disponible en [http://www.scielo.org.mx/pdf/au/v27n1/2007-9621-au-27-01-26.pdf]
- [70] “Aclaración de conceptos: Coloide, suspensión flow y gel”. (2019). *El blog de Arvensis*. [En línea]. Disponible en: <https://www.arvensis.com/blog/aclaracion-de-conceptos-coloide-suspension-flow-y-gel/> [Accedido: 23-sep-2021]
- [71] J. Han y G. Aristippos. (2005). “Edible films and coatings”, *Innovations in Food Packaging*. [PDF]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-012311632-1/50047-4>
- [72] C. León. (2018). “Recubrimientos comestibles a base de almidón con potencial aplicación en conservación de frutas”, *Universidad Nacional Abierta y a Distancia*. [PDF]. Disponible en: https://repository.unad.edu.co/bitstream/handle/10596/21299/52975967_.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- [73] D. Muñoz *et al.* (2017). “Aplicación de recubrimientos comestibles a base de pectina, glicerol y cera candelilla en frutos cultivados en la Huasteca Potosina”, *Revista de Ciencias Naturales y Agropecuaria*. Vol. 4, No. 10, pp. 20-28. [PDF]. Disponible en: file:///C:/Users/USER/Downloads/Revista_de_Ciencias_Naturales_y_Agropecuarias_V4_N10_3.pdf

- [74] G. Zamudio. (2014). “Aplicaciones de las biopelículas comestibles en la industria alimenticia”, *Universidad del Valle*. [PDF]. Disponible en: <https://bibliotecadigital.univalle.edu.co/bitstream/handle/10893/17676/0519674.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [75] M. Ortiz. (2019). “Evaluación de un bioplástico de almidón de semillas de mango (*Mangifera Indica*) con aplicación potencial en envases”, *Universidad El Bosque*. [PDF]. Disponible en: https://repositorio.unbosque.edu.co/bitstream/handle/20.500.12495/2106/Ortiz_Ramirez_Maria_Alejandra_2019.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- [76] E. Mayhure *et al.* (2019). “Biopelículas producidas con cáscara de naranja y reforzadas con celulosa bacteriana”, *Revista de la Sociedad Química del Perú*. Vol. 85, No. 2. pp. 231-241. [PDF]. Disponible en: <http://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v85n2/a10v85n2.pdf>

GLOSARIO

Acidez: término que indica la cantidad de ácido presente en una sustancia. Un ácido es una sustancia química que emite iones de hidrógeno en agua y forma sales cuando se combina con ciertos metales [49].

Ácido galacturónico: monosacárido de seis átomos de carbonos, perteneciente al grupo de los azúcares ácidos y es el principal componente de las pectinas de las frutas.

Alargamiento: es el cambio de longitud que experimenta un cuerpo al ser aplicada una carga sobre el mismo [50].

Bioplásticos: material plástico que deriva de recursos renovables como el almidón y la celulosa de las plantas. Dentro de los compuestos biológicos, se encuentran los cultivos o sus desechos, pero también se pueden fabricar mediante procesos de fermentación bacteriana [51].

Diseño de experimentos: el diseño de experimentos consiste en determinar cuáles pruebas se deben realizar y de qué manera, para obtener datos que, al ser analizados estadísticamente, proporcionen evidencias objetivas que permitan responder las interrogantes planteadas, y de esa manera clarificar los aspectos inciertos de un proceso, resolver un problema o lograr mejoras [24].

Dureza: es la capacidad de oponer resistencia a la deformación superficial por un material más duro [52].

Elongación: incremento de la longitud de una probeta de ensayo producido por una tensión de carga [53].

Esterificación: consiste en la reacción de un grupo carboxilo (-COOH) y un grupo hidroxilo (-OH) para formar un grupo éster (-COOR) [54].

Extracción: técnica empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. Puede definirse como la separación de un componente de una mezcla por medio de un disolvente [55].

Filtración: es un proceso o procedimiento físico-mecánico para la separación de sustancias, las cuales en muchos de los casos, presentan diferentes tipos y tamaños de partículas en suspensión en un fluido [56].

Geles: coloides transparentes compuestos por un líquido disperso en un sólido. Son sustancias consistentes como sólidos, pero pueden fluir al ser aplicada una fuerza [68].

Gelificación: proceso mediante el cual se espesan y estabilizan soluciones líquidas, emulsiones y suspensiones [57].

Hidrólisis: es una reacción química en la que moléculas de agua (H_2O) se dividen en sus átomos componentes (hidrógeno y oxígeno) [58].

Metoxilo: grupo funcional o radical consistente en un grupo metilo unido a un oxígeno.

Pectina: la pectina es el principal componente enlazante de la pared celular de los vegetales y frutas. Químicamente, es un polisacárido compuesto de una cadena lineal de moléculas de ácido D-galacturónico, las que unidas constituyen el ácido poligalacturónico [37].

Plastificante: es una sustancia que cuando se añade a un material, normalmente a un plástico, da como resultado un producto flexible, resistente y más fácil de manejar [37].

Polimerización: conjunto de reacciones químicas en las cuales, un monómero iniciador o endurecedor activa a otro monómero para comenzar la formación de enlaces químicos entre sí, para dar lugar a una molécula de gran peso molecular (macromolécula), ya sea esta de cadena lineal o de estructura tridimensional, denominada polímero [59].

Polímero: son materiales de origen tanto natural como sintético, formados por moléculas de gran tamaño, conocidas como macromoléculas. Los polímeros de origen natural son: la celulosa y las proteínas [37].

Polisacáridos: son glúcidos de alto peso molecular, constituidos por un elevado número de unidades monosacáridos, unidos mediante enlaces glicosídicos, en largas y complejas cadenas. Los polisacáridos difieren entre sí en sus estructuras, así como en sus componentes

monosacáridos. Cumplen mayormente con funciones biológicas como polisacáridos de reserva o estructurales.

Precipitación: es un proceso de obtención de un sólido a partir de una disolución. Puede realizarse por una reacción química, por evaporación del disolvente, por enfriamiento repentino de una disolución caliente, o por cambio de polaridad del disolvente [60].

Ramnosa: monosacárido de seis carbonos perteneciente al grupo de las metilpentosas y desoxihexosas, puede encontrarse en diversas sustancias biológicas como polímeros de pectina [61].

Rendimiento: es la proporción que surge entre los medios empleados para obtener algo y el resultado que se consigue [62].

Solubilidad: capacidad que posee determinada sustancia para disolverse en otra y formar un sistema homogéneo y depende de la naturaleza química del soluto y disolvente. El término se utiliza para designar al fenómeno cualitativo del proceso de disolución como cuantitativo de la concentración de las soluciones [27].

Tensión: fuerza aplicada para producir deformación en un área unitaria de una probeta de ensayo. Es la relación de carga aplicada al área de sección transversal original [63].

ANEXO 1.

RECOMENDACIONES

Se recomienda continuar la investigación sobre las biopelículas hechas con la pectina extraída de la pulpa de café para la elaboración de empaques activos.

Se recomienda realizar la extracción de la pectina con pulpa de café recién despulpada, según la bibliografía consultada, los rendimientos de extracción se ven influenciados negativamente por la maduración de la pulpa. La actividad enzimática en el proceso de maduración de la materia prima despolimeriza los polisacáridos presentes disminuyendo su grado de metoxilación y esterificación.

Se recomienda realizar réplicas en el diseño de experimentos establecido para el proceso de extracción de la pectina que permita obtener una estimación del error experimental y se pueda calcular más precisamente la respuesta de los efectos estudiados.

Se sugiere realizar otras pruebas de caracterización en la biopelícula que permita ampliar el conocimiento de otras propiedades que influyen en el comportamiento de la misma y así establecer con precisión su aplicación en la industria. Propiedades como la permeabilidad al vapor de agua, prueba de desgaste, biodegradabilidad, entre otras son fundamentales para disponer este tipo de película en empaques activos.

Para la elaboración de la biopelícula, se recomienda realizar ensayos donde se varíe o se reemplacen la cantidad de los componentes con el fin de determinar la proporción que confiera mejores propiedades mecánicas a la biopelícula para su uso comercial.