Extraction and Characterization of Pectin from Citrus Sinensis for its Application in Biodegradable Materials

Abstract*– Considering the escalating environmental concern over plastic, which accounts for 73% of global waste, and the increasing contamination from food biomass, there is an urgent need for sustainable solutions. A clear example of this problem can be seen in Puerto Rico, where organic waste represents more than 35% of municipal solid waste. Therefore, the development of sustainable alternatives and an effective food waste management strategy is necessary. This study investigates the use of orange peels, an organic solid waste, as a potential source for the extraction of pectin, a biopolymer known for its gel-forming capabilities and biodegradability. The objective was to extract and characterize citric pectin to determine its potential development of sustainable materials to reduce environmental impact. Pectin was extracted using two hydrolysis methods: acid hydrolysis with acetic acid (CH_3COOH) and basic hydrolysis with sodium hydroxide ($NaOH$), and compared with commercial pectin through FTIR and characterization tests. Thus, the basic extraction produced the highest methoxylated pectin (% DE: 99.09 %, % DM: 27.04 %), while the acid extraction provided a pectin with a gelling capacity of 67.14%, implicating further assessment of gelation potential under specific conditions and its corresponding properties. However, the commercial pectin sample was superior in purity and quality, due to it having a humidity of 0.77% and ash content of 1.40% Therefore, this research aimed to demonstrate the viability of transforming food waste into biomaterials that could ultimately replace non-renewable sources and reduce plastic production.

***Keywords*-- Pectin Extraction, Pectin Characterization, Acid Hydrolysis, Basic Hydrolysis, Organic Waste.**

Extracción y Caracterización de Pectina de *Citrus Sinensis* para su Aplicación en Materiales Biodegradables

Geliz M. Sánchez Guzmán[1]; Naomi Kery García[2]; Sophia J. Algarín Montañez[3]; Dr. Miguel Florián Algarín[4]
[1,3]Universidad Politécnica de Puerto Rico, San Juan, *gelizmsg@gmail.com, naomikery2@gmail.com, sophia.algarin03@gmail.com, MFlorianAlgarin@pupr.edu*

Resumen: ***Ante la creciente preocupación medioambiental por el plástico, que representa el 73% de los residuos globales, y la rápida contaminación por biomasa alimentaria, existe una necesidad urgente de buscar soluciones sostenibles. Un claro ejemplo de este problema se observa en Puerto Rico, donde los residuos orgánicos representan más del 35% de los residuos sólidos municipales. Por ello, es necesario desarrollar alternativas sostenibles y una estrategia eficaz de manejo de residuos alimentarios. Este estudio investiga el uso de cáscaras de naranja, un residuo sólido orgánico, como fuente potencial para la extracción de pectina, un biopolímero conocido por su capacidad de formación de gel y su biodegradabilidad. El objetivo fue extraer y caracterizar la pectina cítrica para determinar su potencial desarrollo de materiales sostenibles que redujeran el impacto ambiental. La pectina se extrajo mediante dos métodos de hidrólisis: hidrólisis ácida con ácido acético (CH_3COOH) e hidrólisis básica con hidróxido de sodio (NaOH), y se comparó con pectina comercial mediante pruebas FTIR y de caracterización. Así, la extracción básica produjo la pectina metoxilada más alta (% DE: 99.09 %, % DM: 27.04 %), mientras que la extracción ácida proporcionó una pectina con una capacidad de gelificación del 67.14%, lo que implica una evaluación adicional del potencial de gelificación bajo condiciones específicas y sus propiedades correspondientes. Sin embargo, la muestra comercial de pectina fue superior en pureza y calidad, debido a que tenía una humedad del 0.77% y un contenido de ceniza del 1.40%. Por lo tanto, esta investigación tuvo como objetivo demostrar la viabilidad de transformar los residuos alimentarios en biomateriales que pudieran sustituir las fuentes no renovables y reducir la producción de plástico.***

Palabras clave – Extracción de Pectina, Caracterización de Pectina, Hidrólisis Ácida, Hidrólisis Básica, Residuos Orgánicos.

I. Introducción

El estado actual de la contaminación es crítico, ya que la producción global de plástico ha aumentado drásticamente de 2.3 millones de toneladas, en 1950, a 162 millones de toneladas, en 1993, y alcanzando 448 millones de toneladas, en 2015 [1]. A medida que la necesidad de soluciones sostenibles se vuelve más urgente, investigadores han comenzado a centrar su atención en residuos orgánicos como una alternativa a los plásticos convencionales amigable con el medio ambiente. En Puerto Rico, se generan aproximadamente 1.8 millones de toneladas de residuos sólidos municipales cada año, con un estimado de 630,000 toneladas que consisten en residuos orgánicos vegetales [2]. Entre estos, las cáscaras de naranja se reconocen como residuos ambientalmente impactantes; debido a que su descomposición anaeróbica libera CO_2, nitratos, sulfatos y fosfatos, contribuyendo a la eutrofización y a otros impactos ambientales [3]. Ante estos desafíos, este estudio evaluó la pectina extraída de residuos vegetales, específicamente las cáscaras de naranja, utilizando métodos de extracción ácida y básica. La investigación comparó la eficiencia de los métodos de extracción y las propiedades de gelificación de las pectinas extraídas para un posible desarrollo de biomateriales.

II. Revisión de Literatura

A. Contaminación

La contaminación ambiental constituye uno de los principales desafíos actuales, debido a los efectos adversos que las actividades humanas y el manejo inadecuado de los residuos pueden generar sobre los ecosistemas y la salud [4]. En Puerto Rico, el manejo de residuos sólidos representa una problemática significativa debido a la limitada capacidad de los sistemas de relleno sanitario y al incumplimiento de algunos vertederos de las regulaciones ambientales establecidas. Entre los principales problemas asociados se encuentran la generación de lixiviados, las emisiones de metano y material fugitivo, además de las limitaciones económicas que enfrentan los municipios para implementar estrategias adecuadas de manejo y disposición de residuos [4]. Ante esta situación, resulta necesario promover alternativas dirigidas a reducir la cantidad de residuos destinados a los vertederos y fomentar su aprovechamiento. En particular, los residuos orgánicos y vegetales representan aproximadamente el 35 % de los residuos sólidos municipales generados en Puerto Rico y, debido a su volumen, ocupan una cantidad considerable de espacio en los sistemas de relleno sanitario [4]. Por consiguiente, la valorización de estos residuos mediante su transformación en materias primas para el desarrollo de materiales sostenibles representa una alternativa para el manejo de residuos y reducir su impacto ambiental [5].

B. Polímeros

Los polímeros son macromoléculas formadas por unidades repetitivas unidas mediante enlaces covalentes y pueden utilizarse para producir materiales con diversas propiedades y aplicaciones [5]. Entre ellos se encuentran los plásticos convencionales y los biopolímeros, estos últimos derivados de fuentes naturales y renovables y considerados

una alternativa debido a su biodegradabilidad, menor impacto ambiental y potencial reducción en el consumo energético durante su producción. Dentro de los biopolímeros se encuentran los polisacáridos, carbohidratos complejos formados por unidades de monosacáridos, entre los que destacan el almidón, la celulosa y la pectina. La pectina se encuentra en las paredes celulares vegetales y se distingue por sus propiedades gelificantes, espesantes y estabilizantes, características que favorecen su potencial para el desarrollo de materiales biodegradables [6][7].

C. Pectina

La pectina es un polisacárido natural presente en las paredes celulares de las plantas, particularmente abundante en frutas cítricas [6]. Su comportamiento depende de propiedades como el grado de esterificación y metoxilo, que influyen en las condiciones necesarias para la formación de geles. Como se muestra en la Tabla 1, las cáscaras de cítricos constituyen una de las principales fuentes industriales de pectina y pueden contener entre 20 y 35 %, lo que favorece el aprovechamiento de estos residuos como materia prima [8]. La pectina puede obtenerse mediante diferentes técnicas, entre ellas la hidrólisis ácida, hidrólisis básica, extracción enzimática y por medio de agua subcrítica. La extracción ácida transforma la protopectina insoluble en pectina soluble, mientras que las condiciones alcalinas favorecen la ruptura de enlaces presentes en la pared celular y la liberación de la pectina. Finalmente, la calidad y funcionalidad de la pectina se evalúa mediante parámetros como el grado de esterificación, grado de metoxilo, capacidad de gelificación, retención de agua, humedad y contenido de cenizas [6][7][9].

TABLA 1
PORCIENTO DE PECTINA EN FRUTOS

Fruto	Porciento de Pectina
Cítricos	20 – 35%
Manzana	10 – 15%
Girasol	15 – 25%
Remolacha	10 – 20%
Maracuyá	15 – 20%

D. Regulaciones material biodegradables

Aunque en Estados Unidos no existe una regulación federal específica dirigida a materiales biodegradables, distintas agencias han establecido políticas y regulaciones relacionadas con su sostenibilidad, producción y uso. La Agencia de Protección Ambiental (EPA) promueve prácticas de adquisición y desarrollo orientadas a reducir la contaminación y las emisiones, mientras que el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (USDA), mediante el programa *BioPreferred*, fomenta el desarrollo y uso de productos de origen biológico [10][11]. Por su parte, la Administración de Alimentos y Medicamentos (FDA) regula la seguridad de los materiales destinados al contacto con alimentos y cosméticos, aspecto relevante para posibles aplicaciones de materiales biodegradables a base de pectina [12].

E. Factores económicos

La viabilidad económica de las biopelículas a base de pectina depende principalmente del costo, disponibilidad de la materia prima, el método de extracción, los reactivos y equipos requeridos, la eficiencia del proceso y la demanda del mercado. El aprovechamiento de residuos vegetales como materia prima puede reducir los costos asociados con su obtención y, simultáneamente, añadir valor a materiales que normalmente serían descartados. Sin embargo, las limitaciones en las propiedades mecánicas de las biopelículas pueden requerir la incorporación de aditivos u otros biopolímeros, aumentando los costos de producción. Por lo tanto, la optimización de los procesos de extracción y formulación resulta fundamental para mejorar su viabilidad económica.

F. Aplicaciones

Las propiedades gelificantes, espesantes, estabilizantes y reológicas de la pectina permiten su utilización en diversas industrias. En el sector farmacéutico se ha estudiado para sistemas de administración de fármacos, apósitos hidrocoloides y otras aplicaciones biomédicas [6]. Mientras que en la industria alimentaria se utiliza como agente espesante, texturizante y estabilizante, además de presentar potencial para el desarrollo de recubrimientos y empaques biodegradables [6]. En cosméticos, sus propiedades hidrofílicas y emulsificantes favorecen su incorporación en productos como humectantes, lociones y geles [13].

Asimismo, se ha investigado su aplicación agrícola en materiales de acolchado biodegradables capaces de contribuir a la retención de agua en el suelo [14]. Estas aplicaciones demuestran el potencial de la pectina obtenida de residuos vegetales como materia prima para el desarrollo de productos sostenibles en diferentes sectores industriales.

III. MATERIALES Y EQUIPOS

Se utilizaron cáscaras de naranja (*Citrus sinensis*), agua destilada, ácido acético (CH_3COOH) al 6 %, hidróxido de sodio (NaOH) 0.10 M, ácido clorhídrico (HCl) 0.25 M, etanol (C_2H_5OH), fenolftaleína y alcohol isopropílico ($(CH_3)_2CHOH$) al 70%. Los principales equipos empleados fueron balanza analítica, deshidratador *Ultrean Food*, triturador, sistemas de agitación y calentamiento, centrífuga, sistema de filtración al vacío, mufla y espectrómetro *PerkinElmer FT-IR Spectrum UATR Two*.

IV. METODOLOGÍA

A. Preparación de materia prima

Las cáscaras de naranja se sometieron a inactivación enzimática en agua destilada a 95 °C durante 15 minutos, utilizando una proporción agua:cáscara de 4:1 (v/p). Posteriormente, se deshidrataron a 60 °C durante 12 horas y se

pulverizaron para su posterior extracción, como se muestra en la Fig 1.



Fig. 1 Preparación de materia prima

B. Extracción por hidrólisis ácida

Se mezclaron 100 g de cáscara pulverizada con ácido acético al 6 % en una proporción de 1:16 a 96 °C durante 104 minutos. El extracto filtrado se precipitó con etanol USP al 99.5 % en proporción de 1:1.5 y se centrifugó a 3,000 rpm durante 10 minutos. La pectina recuperada se deshidrató a 60 °C durante 8 horas y se pulverizó. El procedimiento de extracción ácida se muestra en la Fig. 2.

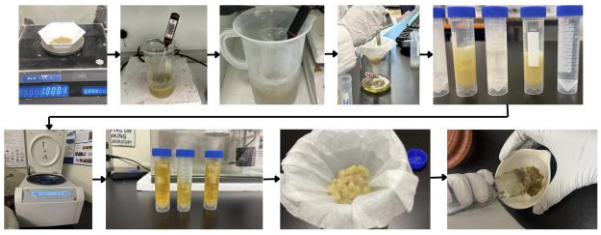


Fig. 2 Extracción por hidrólisis ácida

C. Extracción hidrólisis básica

Se mezcló cáscara de naranja pulverizada con agua destilada en proporción de 1:30 (p/v) y se ajustó hasta un pH de 10.00 con NaOH 0.10 M. La hidrólisis se realizó a 80 °C durante 60 minutos, seguida de filtración y centrifugación a 2,300 RCF durante 15 minutos. El sobrenadante se precipitó con etanol al 100 % en proporción 1:3 (v/v) durante 12–16 horas. La pectina recuperada se deshidrató a 50 °C durante 8 horas y se pulverizó. El procedimiento de extracción básica se muestra en la Fig 3.

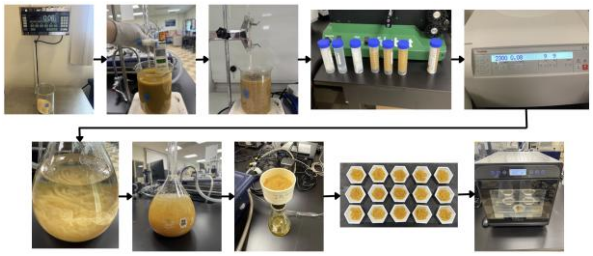


Fig. 3 Procedimiento de extracción por hidrólisis básica

D. Pruebas de caracterización de pectina

Las pectinas obtenidas junto a una pectina comercial usada como referencia se caracterizaron utilizando las siguientes pruebas:

Grado de esterificación: se determinó mediante titulación ácido-base de una solución de pectina, utilizando NaOH 0.1 M y HCl 0.25 M, con fenolftaleína como indicador. Los volúmenes de NaOH consumidos antes y después de la neutralización se utilizaron para calcular el grado de esterificación mediante la ecuación "(1)".

$$\%\ de\ Esterificación = \frac{Meq.NaOH\ (metoxilo\ 0.1N)}{Meq.NaOH\ (ácido\ libre\ 0.1\ N) + Meq.NaOH\ (metoxilo\ 0.1\ N)} \times 100 \quad (1)$$

Capacidad de gelificación: se determinó utilizando una solución de pectina al 10 %, calentada a 90 °C durante 30 minutos y posteriormente enfriada a 4–6 °C durante 30 minutos. La formación del gel se verificó mediante la inversión del recipiente y se calculó utilizando "(2)".

$$Capacidad\ de\ gelificación = \frac{Peso\ muestra\ gelificada}{Peso\ muestra\ diluida} \times 100 \quad (2)$$

Capacidad de retención de agua: se determinó mezclando pectina con agua destilada en una proporción 1:40 (p/v), seguida de centrifugación a 3,000 rpm durante 5 minutos. La pectina húmeda recuperada se pesó y la capacidad de retención se calculó mediante la ecuación "(3)".

$$Retención\ de\ H_2O = Peso\ de\ pectina\ húmeda - Peso\ de\ pectina\ seca \quad (3)$$

Contenido de humedad: se determinó deshidratando aproximadamente 1 g de pectina a 60 °C durante 24 horas y se calculó a partir de la pérdida de masa usando "(4)".

$$\%\ humedad = \frac{(peso\ inicial - peso\ final)}{peso\ de\ la\ muestra} \times 100 \quad (4)$$

Grado de metoxilo: se determinó mediante titulación ácido-base con NaOH 0.1 N y HCl 0.25 N, hasta alcanzar un pH cercano a 7.5. El porcentaje de metoxilo se calculó utilizando un peso molecular de 31.03 mg/mmol mediante "(5)".

$$\%\ de\ metoxilo = \frac{meq.de\ NaOH\ (PM\ del\ metoxilo) \times 100}{peso\ de\ la\ muestra\ (mg)} \quad (5)$$

Contenido de cenizas: se determinó mediante la incineración de aproximadamente 1 g de pectina a 600 °C durante 4 horas y se expresó como porcentaje p/p en base húmeda mediante la "(6)".

$$Contenido\ de\ cenizas = \left(\frac{peso\ de\ las\ cenizas}{peso\ de\ la\ muestra}\right) \times 100 \quad (6)$$

Espectroscopía infrarroja: Las muestras de pectina se caracterizaron mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) utilizando un espectrómetro *PerkinElmer FT-IR Spectrum UATR Two* para evaluar su estructura e identidad.

E. Elaboración de biopelícula a base de pectina extraída por el método ácido

La biopelícula se preparó utilizando aproximadamente 2.0 g de pectina en 20 mL de agua destilada, con 3.86 mL de glicerol vegetal como plastificante y 0.1826 mL de polisorbato 20 como surfactante. La mezcla se homogenizó mediante agitación y por medio de un baño ultrasónico y luego se secó a 30 °C durante 12 horas.

F. Elaboración de biopelícula a base de pectina extraída por el método básico

La biopelícula de pectina básica se elaboró siguiendo el procedimiento descrito para la pectina ácida, utilizando aproximadamente 2.0 g de pectina en 50 mL de agua destilada, glicerol vegetal al 22.1 % p/p y 0.2 g de polisorbato 20, con un baño ultrasónico de 20 minutos.

G. Elaboración de biopelícula a base de pectina comercial

La biopelícula de pectina comercial se elaboró siguiendo el procedimiento descrito para la pectina ácida, utilizando aproximadamente 2.0 g de pectina en 50 mL de agua destilada, glicerol vegetal al 22.1 % p/p y 0.2 g de polisorbato 20. El grosor de la mezcla se uniformó utilizando el *Drying Box*.

V. Recolección de Datos

A. Hidrólisis ácida

Para el proceso de extracción se utilizaron 100g de cáscara de naranja pulverizada, obteniendo 16.3713g de pectina, lo que corresponde a un 16.37% de rendimiento. Los resultados de las pruebas de caracterización se presentan en la Tabla 2.

TABLA 2
PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN DE PECTINA EXTRAÍDA MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA

Grado de Esterificación	61.2200%
Grado de Metoxilo	5.5900%
Capacidad de Gelificación	67.1400%
Humedad	7.3400%
Contenido de Cenizas	2.5000%
Capacidad de Retención de Agua	1.7590g H_2O/ g de pectina

B. Hidrólisis Básica

Al realizar el proceso de extracción de pectina mediante hidrólisis básica, se utilizaron 10.00g de cáscara de naranja pulverizada para obtener 8.6061g de pectina. Este método produjo un 86.06% de rendimiento. Los resultados de las pruebas de caracterización se presentan en la Tabla 3.

TABLA 3
RESUMEN DE PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN DE PECTINA EXTRAÍDA MEDIANTE HIDRÓLISIS BÁSICA

Grado de Esterificación	99.0900%
Grado de Metoxilo	27.0400%
Capacidad de Gelificación	25.5800%
Humedad	9.9100%
Contenido de Cenizas	4.6000%
Capacidad de Retención de H_2O	1.6573 g H_2O/g de pectina

C. Pectina Comercial

La Tabla 4 muestra los resultados de caracterización de una pectina comercial extraída de frutas con el fin comparar las pectinas extraídas de cáscaras de naranja mediante los métodos de extracción antes mencionados.

TABLA 4
PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN DE PECTINA COMERCIAL

Grado de Esterificación	96.76%
Grado de Metoxilo	16.5%
Capacidad de Gelificación	47.41%
Humedad	0.77%
Contenido de Cenizas	1.40%
Capacidad de Retención de H_2O	34.58 g H_2O/g de pectina

D. Espectro Infrarrojo

Se obtuvo un espectro de infrarrojo utilizando el equipo *PerkinElmer UATR Two* para analizar la pectina extraída mediante el método de hidrólisis ácida, hidrólisis básica y comercial, con el objetivo de identificar sus grupos funcionales clave y confirmar su identidad.

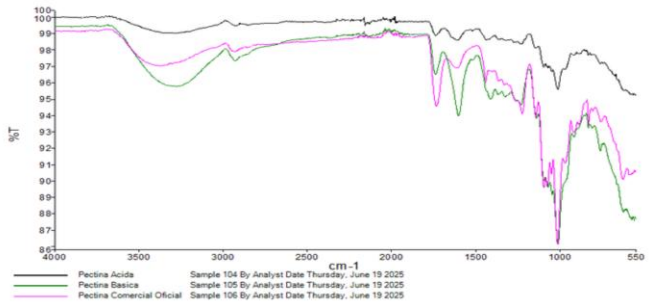


Fig. 4 Espectro infrarrojo de las pectinas caracterizadas

E. Biopelículas

Al comparar las biopelículas obtenidas a partir de las pectinas extraídas mediante hidrólisis ácida y básica con la biopelícula elaborada con pectina comercial, se observó una diferencia significativa en la calidad y la estructura de las películas formadas. Las biopelículas elaboradas con pectinas extraídas presentaron deficiencias en su firmeza, algunas con una textura excesivamente líquida, mientras que otras resultaron muy quebradizas y frágiles. Por otro lado, la

biopelícula realizada con pectina comercial mostró una mayor estabilidad, flexibilidad y uniformidad.

VI. Análisis de Resultados

A. Pectina extraída mediante hidrólisis ácida

El porciento de humedad que retenga la pectina debe ser menor que 10 % p/p [15], o según la *International Pectin Producers Association (IPPA)* no debe superar el 12% [16].

El contenido de humedad de la pectina extraída fue de 7.34 %, dicho resultado indica que la pectina que se extrajo tiene un bajo porciento de humedad, ya que no supera el valor de 10 % p/p ni el 12 %. Debido a este resultado, se concluye que el extracto es de alta calidad debido a su bajo contenido de humedad lo cual es ideal, ya que no habrá proliferación de microorganismos. Por tanto, minimizando la posibilidad de degradación y prolongando su vida útil.

Para determinar el nivel de pureza del extracto se midió el contenido de cenizas mediante su prueba de caracterización. Una pectina con un contenido de cenizas inferior al 10% se considera de buena calidad, ya que la presencia de impurezas, tanto orgánicas como inorgánicas, pueden afectar negativamente su mecanismo de gelificación [5][16]. Al realizar la prueba de contenido de cenizas se determinó un valor de 2.4980%.

B. Pectina extraída mediante hidrólisis básica

Se obtuvo un grado de esterificación de 99.09%, que permite clasificar la pectina como de alto metoxilo [17]. Un grado de esterificación mayor al 70% indica que la pectina tiene una fuerte capacidad de gelificación en presencia de azúcares y ácidos. Además, sugiere que es una pectina muy activa para aplicaciones de encapsulación y/o formación de películas. Sin embargo, el grado de metoxilo fue de 27.04%, mostrando que la pectina es de bajo metoxilo. Este resultado se contradice debido a que el grado de esterificación fue alto. Existen pectinas con alto grado de esterificación y bajo grado de metoxilo y esto puede deberse a que la metodología analítica para la valoración del contenido de metoxilo no es específica y es indirecta. Esto sugiere que es posible que existan grupos carboxilos esterificados con otros grupos como metoxilo o formando amidas [15].

La capacidad de gelificación obtenida fue de 25.58% indicando que una proporción significativa de la mezcla logró transformarse en un gel, lo que respalda la funcionalidad de los grupos carboxilo y metoxilo presentes. Por otra parte, la humedad fue de 9.91%. Este parámetro es un factor que incide directamente en la estabilidad de la pectina, porque sus características químicas permiten el crecimiento de microorganismos, especialmente hongos [15]. El valor obtenido es un valor que puede tener una relación directa con el método de secado y la dureza del material [15].

En el aspecto de contenido de cenizas, se obtuvo un 4.6%, el cual presenta bajo contenido de impurezas, sales y minerales. En un estudio realizado con pectinas de naranja, el contenido de cenizas fluctuó entre el 0.18% y 5.6% [15]. La capacidad de retención de agua obtenida por la pectina es de 1.6573 gramos. Este valor es alto y es indicativo de una buena hidrofilicidad y capacidad para formar películas o retener humedad en formulaciones farmacéuticas o cosméticas [15].

C. Pectina Comercial

El grado de esterificación (DE) de la pectina comercial fue del 96.76%, lo que claramente la clasifica como pectina de alto metoxilo (HM), ya que supera el 50% establecido para esta categoría. En pectinas de cítricos, el DE es superior al 50% cuando se extrae bajo condiciones ácidas, siendo característico de pectinas HM [18]. A pesar de que el grado de metoxilo reportado fue del 16.50%, este valor contribuye a la clasificación de la pectina como de alto metoxilo. El contenido típico de metoxilo en pectinas comerciales se encuentra entre 8-11%, y niveles más altos favorecen la capacidad de gelificación y viscosidad [19].

La pectina comercial absorbió 4.215g de agua durante la gelificación, lo que refleja una notable formación de geles, este comportamiento se atribuye al alto grado de esterificación, que promueve interacciones hidrofóbicas y enlaces de hidrógeno que retienen agua eficazmente. La capacidad de retención de agua fue de 34.58g, coherente con el DE elevado, ya que dichos grupos metilo reducen la polaridad y permiten formar redes densas que atrapan agua. En biopelículas, una alta retención confiere flexibilidad y resistencia mecánica, aunque puede requerirse mayor tiempo de secado.

El contenido de humedad fue muy bajo (0.77%), significativamente inferior al máximo aceptable del 12%, lo que sugiere un material seco, estable y con bajo riesgo microbiológico. Con solo 1.40% de cenizas, la pectina refleja una pureza adecuada. Estudios similares informaron rangos cercanos al 3-9% para pectinas cítricas, por lo que este valor indica baja presencia de impurezas inorgánicas [18].

D. Análisis de Espectro

Al observar el espectro de la pectina extraída mediante hidrólisis ácida, representada por el color negro (consulte la Fig. 4), se identifica un pico a 3,200 cm^{-1} con una forma de banda ancha, lo cual es indicativo de la presencia de grupos hidroxilo (-OH), típicos de alcoholes y compuestos polares.

El espectro FTIR de pectina extraída con ácido acético mostró una banda a 3,350.86 cm^{-1} característica de los grupos -OH, lo cual refuerza la identificación de la pectina y sugiere similitud estructural [20]. El pico localizado a una longitud de onda de 1,745 cm^{-1} es representativo del grupo éster (–C=O), ya que se encuentra dentro del rango característico de 1,750–1,735 cm^{-1}. Por otro lado, se observó un pico a 1,650 cm^{-1}, el cual sugiere la presencia de un alqueno conjugado. En el espectro, también se identificó un pico a 1,745.24 cm^{-1}, el rango de 1,680–1,810 cm^{-1} corresponde a vibraciones de grupos carbonilo esterificados [20]. Finalmente, el análisis por espectroscopía infrarroja permitió detectar picos en 1,011.21 cm^{-1} y 856.58 cm^{-1}, estas bandas se encuentran en la denominada “fingerprint region” del espectro. De acuerdo con

la literatura, el rango entre 1,000 - 650 cm^{-1} está asociado a vibraciones características del grupo alqueno (=C–H), lo cual respalda la presencia de estas estructuras en la pectina extraída [20].

En la pectina extraída mediante hidrólisis básica, identificada con el color verde (consulte la Fig. 4); el número de onda de 3,281.11 representa la presencia de grupos hidroxilo (-OH) y enlaces alifáticos (C-H), asociados a los grupos metilo (-CH_3) o metileno (-CH_2). Estos grupos funcionales van de 3,600 a 2,500 cm^{-1} y de 3,000 a 2,800 cm-1; respectivamente [21]. El número de onda aproximado de 1,760 a 1,745 cm^{-1}, representa la presencia del grupo éster (-$COOCH_3$), indicador del grado de metoxilo. Por su parte, el número de onda aproximado de 1,640 a 1,620 cm^{-1} indica la presencia del ion carboxilato (COO^-) Un número de onda de 1,602.01 cm^{-1}, indica la presencia de C = O de los ácidos; que van de 1,500 a 1,700 cm^{-1}. La región representada por los grupos C – O, los cuales van de 1,000 a 2,000 cm^{-1}. Los anillos benzoicos, van de 700 a 900 cm^{-1} [22].

En el análisis por espectroscopía infrarrojo de la pectina comercial representada en color rosado (consulte Fig. 4), el pico más intenso y ancho, ubicado en 3,365.61cm^{-1}, corresponde a la vibración de estiramiento de los grupos hidroxilo (-OH), los cuales son comunes en las estructuras de polisacáridos debido a la abundancia de enlaces glicosídicos [22]. Uno de los picos más importantes se encuentra en 1,732.96cm^{-1} y corresponde al enlace carbono-oxígeno (C=O) de los grupos ésteres metílicos [22]. Esta señal es fundamental para confirmar un alto grado de esterificación, ya que indica la presencia de grupos -$COOCH_3$ en la cadena del ácido galacturónico [22]. En la región de 1,494.63cm^{-1} y corresponde a los grupos de carboxilato (COO^-) o a flexiones de enlaces C–H. Más abajo, en 1,223,85 cm^{-1} y 1,179,86 cm^{-1}, aparecen picos que reflejan estiramientos de enlaces C–O y C–O–C [21]. El pico ubicado en 1,014,85 cm^{-1} representa vibraciones de estiramiento de los enlaces C–C y C–O en el esqueleto de los anillos de carbohidratos [21].

E. Análisis Comparativo

TABLA 5
COMPARACIÓN DE LAS PECTINAS CARACTERIZADAS

Prueba	PA	PB	PC
Grado de Esterificación	61.22	99.09	96.76
Grado de Metoxilo	5.59	27.04	16.50
Capacidad de Gelificación	67.14	0.9052	4.215
Humedad	7.34	9.91	0.7700
Contenido de Cenizas	2.50	4.60	1.4000
Capacidad de Retención de H_2O	1.759	1.6573	34.58

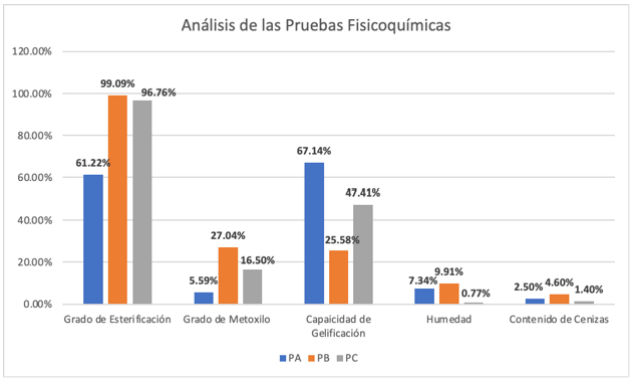


Fig. 5 Gráfica de análisis de las pruebas fisicoquímicas de todas las pectinas

La Fig. 5 muestra la comparación entre los valores obtenidos para el grado de esterificación, grado de metoxilo, capacidad de gelificación, humedad y contenido de cenizas en las diferentes pruebas realizadas. Este análisis permite observar las variaciones en las propiedades fisicoquímicas de las pectinas estudiadas como la pectina ácida (PA), pectina básica (PB) y la comercial (PC).

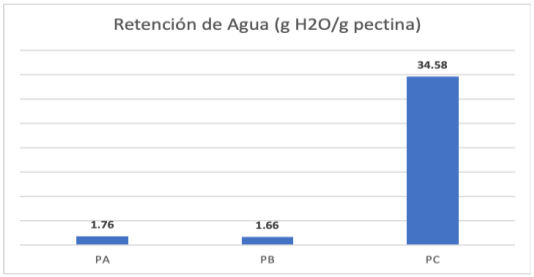


Fig. 6 Gráfica de análisis de retención de agua en pectinas caracterizadas

La Fig. 6 presenta la cantidad de agua retenida por gramo de pectina (g H_2O/g pectina) en las diferentes muestras analizadas. Este parámetro permite evaluar la afinidad de la pectina por el agua y su potencial funcional en aplicaciones alimentarias o industriales.

El análisis comparativo entre la pectina extraída por hidrólisis ácida, la extraída por hidrólisis básica y la pectina comercial permitió evidenciar diferencias significativas en las propiedades fisicoquímicas de cada una, como se muestran en la Tabla 5. En cuanto al grado de esterificación, la pectina básica presentó el valor más alto (99.09%), seguida de la comercial (96.76%) y la ácida (61.22%), indicando que la hidrólisis básica favorece una mayor esterificación, otorgando una estructura más estable y similar a la pectina comercial. De manera complementaria, el grado de metoxilo fue mayor en la pectina básica (27.04%) en comparación con la comercial (16.50%) y la ácida (5.59%), reflejando que el método básico preserva mejor los grupos metilo responsables de la gelificación en medios con alta concentración de azúcar y ácido. No obstante, en la prueba de capacidad de gelificación, la pectina ácida destacó con un 67.14%, superando ampliamente a la básica (0.9052%) y a la comercial (4.215%), lo que sugiere que la pectina de bajo metoxilo, obtenida por

hidrólisis ácida, presenta mayor capacidad de formar geles en presencia de iones. En términos de humedad, todas las muestras se encontraron dentro del rango aceptable establecido por la IPPA (≤12%), siendo la comercial la de menor contenido (0.77%), seguida de la ácida (7.34%) y la básica (9.91%), lo que refleja un mejor proceso de secado en la pectina industrial. Por otro lado, el contenido de cenizas fue más bajo en la pectina comercial (1.40%) y más alto en la básica (4.60%), aunque todas se mantuvieron por debajo del límite máximo permitido del 10%, que sugiere un nivel de pureza adecuado, pero evidencia la necesidad de mejorar el lavado o neutralización en el método básico. Finalmente, la capacidad de retención de agua fue considerablemente mayor en la pectina comercial (34.58 g H_2O/g), mientras que la pectina ácida (1.759 g H_2O/g) y básica (1.6573 g H_2O/g) mostraron valores similares, acordes con pectinas naturales parcialmente purificadas. En conjunto, los resultados demuestran que la pectina obtenida por hidrólisis ácida posee mejores propiedades funcionales para la gelificación y posibles aplicaciones en bioplásticos, mientras que la pectina básica, con sus altos grados de esterificación y metoxilo, exhibe una estructura más estable y comparable a la comercial, adecuada para formulaciones que requieran cohesión y resistencia.

VII. Conclusión

Esta investigación logró evaluar dos métodos de extracción, hidrólisis ácida y básica, para extraer pectinas de las cáscaras de naranja. Los resultados experimentales demostraron que las condiciones de extracción y las características fisicoquímicas influyeron en la calidad y pureza de las dos pectinas que se extrajeron. La comparación de factores como el grado de esterificación, contenido de metoxilo, humedad, contenido de cenizas y capacidad de retención y cómo afectan la gelificación de cada extracto, permitió identificar diferencias significativas que determinan el desempeño de cada tipo de pectina en aplicaciones.

La pectina obtenida por hidrólisis ácida presentó un grado de esterificación de 61.22% y con un contenido de grupos metoxilos de 5.59%, clasificándola como una de bajo metoxilo. Además, esta muestra obtuvo una capacidad de gelificación de 67.14%. No obstante, su biopelícula demostró una estructura débil y frágil. Es por esto por lo que se debe considerar en el futuro la presencia de cationes, particularmente de calcio, en su formulación para fortalecer la estabilidad y cohesión del material. Sin embargo, su baja humedad (7.34%) y contenido de cenizas (2.50%) confirman que es una pectina de alta calidad y pureza. Por otro lado, la pectina obtenida mediante la hidrólisis básica demostró un grado de esterificación del 99.09% y un grado de metoxilo del 27.04%, lo que la clasifica como una de alta metoxilo. Sin embargo, su baja capacidad de gelificación (25.58%) indica que la alta esterificación no necesariamente se traduce en una mayor habilidad de formar geles. Para mejorar este mecanismo se requieren condiciones específicas de acidez y presencia de azúcares para una mejor gelificación. A pesar de su baja gelificación, su contenido de cenizas (4.60%) y humedad (9.91%) demostraron que el método básico logró obtener una pectina de alta calidad comparable a la comercial.

En contraste, la pectina comercial presentó los valores más favorables, con un grado de esterificación del 96.76 %, grado de metoxilo del 16.50 %, humedad de 0.77 %, y contenido de cenizas bajo (1.40 %); además, una capacidad de retención de agua de 34.58 g H_2O/g.

El análisis comparativo de las muestras de pectina demostró que la calidad y composición determinan directamente las propiedades de gelificación y su mecanismo para producir una biopelícula. La hidrólisis ácida resultó más eficiente para obtener una pectina con capacidad de gelificación destacable, mientras que la hidrólisis básica produjo una pectina más esterificada y estable, pero con menor rendimiento en la formación de geles. Esto demostró que cada método tiene sus ventajas y limitaciones, que deben considerarse de acuerdo con la aplicación deseada.

Las biopelículas que se prepararon con las pectinas obtenidas mediante ambos métodos de extracción no alcanzaron una resistencia estructural adecuada bajo las condiciones evaluadas. Esta limitación se identificó durante su preparación y manipulación, ya que la biopelícula formulada con la pectina obtenida por hidrólisis ácida presentó una estructura débil y frágil, mientras que la correspondiente a la hidrólisis básica mostró una consistencia demasiado líquida y una formación estructural limitada. Estos resultados demuestran que, aunque ambas pectinas presentaron propiedades fisicoquímicas favorables, dichas características por sí solas no garantizan la formación de una biopelícula estable y resistente. Debido a que en este estudio no se realizaron pruebas mecánicas cuantitativas; dicha observación debe considerarse como una evaluación preliminar que destaca la necesidad de optimizar la formulación ajustando variables como el pH y la concentración de azúcares, que favorezcan la cohesión, estabilidad y resistencia estructural del material, antes de evaluar su potencial como material biodegradable.

En conclusión, este estudio confirmó la viabilidad de aprovechar los residuos agroindustriales como fuente de pectina, contribuyendo a la sostenibilidad. Sin embargo, los datos experimentales demostraron la necesidad de optimizar el proceso de extracción y la formulación de la biopelícula alterando factores tales como el pH, concentración de azúcares, entre otros. Estos ajustes podrían mejorar la capacidad de gelificación para la pectina. Es por estos hallazgos que se pudo establecer una base para futuros estudios, aunque las pectinas obtenidas mediante hidrólisis ácida y básica aún presentan limitaciones estructurales en comparación con la pectina comercial, su obtención a partir de residuos orgánicos representa una alternativa prometedora para el desarrollo de materiales sostenibles, económicos y eco amigables.

VIII. Recomendaciones

A partir de los resultados obtenidos, se recomienda profundizar en la investigación del comportamiento y las aplicaciones potenciales de ambos tipos de pectina. En particular, la pectina extraída mediante hidrólisis básica demostró poseer un alto grado de esterificación y un considerable contenido de metoxilo, características que podrían conferirle mayor flexibilidad, estabilidad y capacidad de retención de humedad, haciéndola idónea para aplicaciones en las que se requiere una matriz polimérica maleable, como en la fabricación de biopelículas o recubrimientos biodegradables. Por otro lado, la pectina obtenida por hidrólisis ácida, al presentar una mayor capacidad de gelificación, podría resultar más adecuada para productos que demanden estructuras más rígidas o de mayor cohesión, como cápsulas o geles farmacéuticos.

Asimismo, se recomienda que la siguiente etapa experimental se enfoque en la producción y caracterización de biopelículas a partir de ambas pectinas, con el propósito de comparar sus propiedades mecánicas, térmicas, de permeabilidad, de barrera y de biodegradabilidad; realizando pruebas de resistencia a la tracción, alargamiento y módulo estático. Este análisis permitirá determinar cuál tipo de pectina ofrece un mejor desempeño para aplicaciones específicas en el desarrollo de biomateriales sostenibles, promoviendo así el aprovechamiento integral de los residuos orgánicos y el avance hacia alternativas ecológicas al uso de plásticos convencionales.

IX. Proyecciones Futuras

Como parte del trabajo futuro, se propone ampliar la investigación evaluando diferentes materias primas ricas en pectina, con el fin de comparar su rendimiento, pureza y propiedades funcionales frente a la pectina obtenida de cáscara de naranja. Además, se recomienda explorar métodos de extracción asistidos por enzimas o agua subcrítica. Estos métodos podrían ofrecer una alternativa más ecológica y selectiva, reduciendo el uso de reactivos químicos agresivos y mejorando la calidad del polisacárido obtenido. Otro aspecto relevante sería diseñar y simular un proceso de extracción sostenible y rentable, incorporando análisis de eficiencia energética, consumo de solventes y aprovechamiento de subproductos. De igual manera, se sugiere incorporar réplicas experimentales, análisis estadístico y determinar el peso molecular promedio de la pectina extraída, ya que este parámetro influye significativamente en sus propiedades reológicas y en su comportamiento en aplicaciones industriales. Incluso, se propone optimizar la formulación de las biopelículas mediante plastificantes y agentes entrecruzantes, como iones de calcio, para fortalecer las interacciones entre las cadenas de pectina, formando una biopelícula más resistente y cohesionada. Finalmente, se plantea desarrollar un material biodegradable a base de pectina, con potencial para ser utilizado en la fabricación de cápsulas, recubrimientos o empaques sostenibles, contribuyendo así al avance de soluciones ecológicas en la industria farmacéutica y de materiales.

X. Referencias

[1] Mbaku, A. B., Ngwasiri, P. N., Ambindei, W. A., Ngwabie, N. M., & Ngassoum, M. B. (2023). Agrofood Waste and By-Product Valorization, Extraction, and Characterization of Pectin from the Waste Biomass Fruit Peel of Aframomum angustifolium Using Response Surface Methodology as Alternative Sources of a Functional Pectin. *International Journal of Chemical Engineering*, *2023*(1), 5277914.

[2] Cui, J., Zhao, C., Zhao, S., Tian, G., Wang, F., Li, C., et al. (2020). Alkali + cellulase- extracted citrus pectins exhibit compact conformation and good fermentation properties. Food Hydrocolloids, 108, 106079. https://doi.org/10.1016/j. foodhyd.2020.106079

[3] Said, N. S., Olawuyi, I. F., & Lee, W. Y. (2023). Pectin hydrogels: Gel-Forming Behaviors, Mechanisms, and food Applications. *Gels*, *9*(9), 732. https://doi.org/10.3390/gels9090732

[4] Palacios Anzules, Ítalo del C., & Moreno Castro, D. W. (2022). Contaminación ambiental. *RECIMUNDO*, *6*(2), 93103.https://doi.org/10.26820/recimundo/6.(2).abr.2022.93-103

[5] Greener Pectin Extraction Techniques: Applications and Challenges. (n.d.) >*The Free Library*. (2014) https://www.thefreelibrary.com/Greener+Pectin+Extraction+Techniq ues%3a+Applications+and+Challenges.-a0838258973

[6] Belkheiri, A., Forouhar, A., Ursu, A. V., Dubessay, P., Pierre, G., Delattre, C., ... & Michaud, P. (2021). Extraction, characterization, and applications of pectins from plant by-products. *Applied Sciences*, *11*(14), 6596.

[7] San Martín-Hernández, César, Pérez-Rubio, Verónica, Muy-Rangel, María Dolores, Vargas- Ortiz, Manuel Alejandro, & Quintana-Obregón, Eber Addí. (2020). Caracterización del polvo y pectina del pericarpio del mango (Mangifera indica L.) 'Ataulfo' maduro y análisis FODA para su procesamiento. *TIP. Revista especializada en ciencias químico- biológicas*, *23*, e274.https://doi.org/10.22201/fesz.23958723e.2020.0.274

[8] Chaprenet, J., Berton-Carabin, C. C., Elias, R. J., & Coupland, J. N. (2013). Effect of interfacial properties on the reactivity of a lipophilic ingredient in multilayered emulsions. *Food Hydrocolloids*, *42*, 56–65. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.009

[9] Rentería-Ortega, M., Colín-Alvarez, M. d. L., Gaona-Sánchez, V. A., Chalapud, M. C., García-Hernández, A. B., León-Espinosa, E. B., Valdespino-León, M., Serrano-Villa, F. S., & Calderón-Domínguez, G. (2023). Characterization and Applications of the Pectin Extracted from thePeelPassifloratripartita var. mollissima. of *Membranes*, *13*(9),797.ht tps://doi.org/10.3390/membranes13090797

[10] U.S. Department of Agriculture. (s. f.). About the USDA. U.S. Department of Agriculture. https://www.usda.gov/our-agency/about-usda

[11] U.S. Environmental Protection Agency. (2024, 18 octubre). Recommendations of specifications, standards, and ecolabels for federal purchasing. US EPA. https://www.epa.gov/greenerproducts/recommendations-specifications-standards-and- ecolabels-federal-purchasing

[12] U.S. Food and Drug Administration. (s. f.). Regulatory background: Food contact substance notification program. U.S. Department of Health and Human Services. https://www.fda.gov/food/packaging-food-contact-substances-fcs/regulatory-background- food-contact-substance-notification-program

[13] SpecialChem. (s. f.). Pectin INCI ingredients [Formulations].SpecialChem.https://cosmetics.specialchem.com/inci-ingredients/pectin#Formulations

[14] Merino, D., & Athanassiou, A. (2022). Biodegradable and active mulch films: Hydrolyzed lemon peel waste and low methoxyl pectin blends with incorporated biochar and neem essential oil. ACS Sustainable

Chemistry & Engineering,10(33),1078910802.https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.2c01539 https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=7757253
[15] Duwee, Y. S., Kiew, P. L., & Yeoh, W. M. (2022). Multi- objective optimization of pectin extraction from orange peel via response surface methodology: Yield and degree of esterification. *Journal of Food Measurement and Characterization*, *16*(2), 1710-1724.
[16] Susanti, S., Legowo, A., Nurwantoro, N., Silviana, S., & Arifan, F. (2021). Comparing the Chemical Characteristics of Pectin Isolated from Various Indonesian Fruit Peels. Indonesian Journal of Chemistry, 21(4), 1057-1062. http://dx.doi.org/10.22146/ijc.59799
[17] Mendoza, M. V., Coello, C. A. C., Correa, M. A. C., & Sagñay, E. J. M. (2020). *Elaboración de utensilios de bioplástico a base de la cáscara de plátano*. Dialnet.
[18] Sayah, M. Y., Chabir, R., Benyahia, H., et al. (2016). Yield, esterification degree and molecular weight evaluation of pectins isolated from orange and grapefruit peels under different conditions. *PLoS ONE, 11*(9), e0161751. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0161751
[19] Ferreira Ardila, S. (2007). Pectinas: Aislamiento, caracterización y producción a partir de frutas tropicales y de los residuos de su procesamiento industrial. *Universidad Nacional de Colombia*.
[20] Departamento de Recursos Naturales y Ambientales. (2024, abril). Ley para fomentar el reciclaje vegetal y compostaje en las escuelas de Puerto Rico (Ley Núm. 15-2024). https://bvirtualogp.pr.gov/ogp/Bvirtual/leyesreferencia/PDF/15-2024.pdf
[21] Chandel, V., Biswas, D., Roy, S., Vaidya, D., Verma, A., & Gupta, A. (2022). Current Advancements in Pectin: Extraction, Properties and Multifunctional Applications. *Foods (Basel, Switzerland)*, *11*(17), 2683. https://doi.org/10.3390/foods11172683
[22] Púa, A., Barreto, G., Vallejo, D., & Ariza, C. (2015). Extracción y caracterización de la pectina obtenida a partir de la cáscara de limón Tahití (citrus x latifolia) en dos estados de maduración. *@ limentech, Ciencia y Tecnología Alimentaria*, *13*(2).
[23] Charchalac Ochoa, L. R. (2008). *Efecto del agente de extracción y tiempo de hidrólisis ácida en el rendimiento de pectina de cáscaras de maracuyá (Passiflora edulis var. flavicarpa)* [Proyecto de graduación, Escuela Agrícola Panamericana, Zamorano].
[24] Cortez, P. M. M. (2020). Análisis de los espectros de infrarrojo. *Principios y aplicaciones de la espectroscopia de infrarrojo en el análisis de alimentos y bebidas*, 66-82.
[25] Kannan, S., Mariaamalraj, S., Dhanalakshmi, J., Karuppasamy, V., Thavasilingam, K., Perumal, H., & Kaliraj, M. (2024). *Valorization of agricultural waste: Extraction and characterization of pectin from various fruit peels for sustainable resource utilization*. Adv.Biore.,15(4),89100.https://www.researchgate.net/publication/384332398_Valorizationof_Agricultural_Waste_Extraction_and_Characterization_of_Pectin_from_Various_Fruit_Peels_for_Sustainable_Resource_Utilization
[26] Lara-Espinoza, C., Carvajal-Millán, E., Balandrán-Quintana, .R., López-Franco, Y., & Rascón-Chu, A. (2018). Pectin and Pectin-Based Composite Materials: Beyond Food Texture.Molecules, 23(4), 942. https://doi.org/10.3390/molecules23040942
[27] Mamiru, D., & Gonfa, G. (2023). Extraction and characterization of pectin from watermelonrind using acetic acid. *Heliyon*, *9*(2).
[28] Mao, G., Wu, D., Wei, C., Tao, W., Ye, X., Linhardt, R. J., et al. (2019). Reconsidering conventional and innovative methods for pectin extraction from fruit and vegetable waste: Targeting rhamnogalacturonan I. Trends in Food Science & Technology, 94, 65–78. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.11.001
[29] Salbu, L., Bauer-Brandl, A., & Tho, I. (2009). Direct compression behavior of low- and high-methoxylated pectins. *AAPS PharmSciTech, 11*(1), 18–26. https://doi.org/10.1208/s12249-009-9349-4
[30] Sayah, M. Y., Chabir, R., Nadia, E. M., Chahdi, F. O., Touzani, H., & Errachidi, F. (2014). Comparative Study on Pectin Yield According to the State of the Orange Peels and Acids Used. International Journal of Innovative Research in Science Engineering and Technology, 03(08), 15658-15665. https://doi.org/10.15680/ijirset.2014.0308078
[31] Thakur, B. R., Singh, R. K., Handa, A. K., & Rao, M. A. (1997). Chemistry and uses of pectin A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, *37*(1), 47–73. https://doi.org/10.1080/10408399709527767
[32] Wandee, Y., Uttapap, D., & Mischnick, P. (2019). Yield and structural composition of pomelo peel pectins extracted under acidic and alkaline conditions. Food Hydrocolloids, 87,237–244. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.08.017
[33] Zhang, H., Chen, J., Li, J., Yan, L., Li, S., Ye, X., et al. (2018). Extraction and Characterization of RG-I enriched pectic polysaccharides from Mandarin citrus peel. Food Hydrocolloids, 79, 579–586. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.12.002. 2018.

XI. DIVULGACIÓN DE IA

Los autores declaran que se utilizaron herramientas de inteligencia artificial para resumir algunas secciones. Todos los resultados generados con asistencia de Inteligencia Artificial fueron revisados, validados y editados por los autores.