



ARTÍCULO ORIGINAL

Diseño de experimentos aplicado a la extracción de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa x paradisiaca*) de la región norte de Veracruz

Nayelly Simbron-Olmedo¹, Briceydi Ramirez-Celis¹, Lesly Magdalena Pérez-Tejada¹, Ximena Villarreal-Ramírez¹, Monserrat Escamilla-García², Iriana Hernández-Martínez^{1*}

¹ ingeniería en Procesos Químicos. Universidad Tecnológica de Gutiérrez Zamora, Veracruz, México.

²Facultad de Química, Departamento de Investigación y Posgrado en Alimentos, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro 76010, México.

Recepción 05 de junio de 2024. Aceptación 25 de junio de 2024.

Resumen

PALABRAS CLAVE

Cáscara de plátano, pectina, hidrólisis ácida.

El creciente aumento mundial en la producción de plátano presenta consecuentemente un aumento de los residuos agroindustriales, siendo los principales el tallo de la planta y las cáscaras de los frutos. Ambas partes de la planta reportan valores considerables de pectina como componente principal de su pared celular. Para esta investigación se recolectó cáscara de plátano (*Musa x paradisiaca*) de la región norte del estado de Veracruz. Esta fue sometida a un proceso de inactivación de enzimas para su posterior extracción de pectina utilizando un diseño factorial completo 2², donde se utilizaron como variables el pH (1.5, 2) y la temperatura (60 y 70 °C); y como variable respuesta el rendimiento de la extracción con hidrólisis ácida. El análisis de datos se realizó utilizando un análisis de varianza y la comparación de medias se hizo a través de una prueba de Tukey-Kramer utilizando un valor $p \leq 0.05$. El objetivo de esta investigación fue realizar la optimización del proceso de extracción de pectina utilizando hidrólisis ácida a partir de la obtención de la ecuación de predicción. La aplicación del diseño experimental y el análisis estadístico de los datos arrojó que los valores óptimos de pH y temperatura fueron de 2 y 60 °C respectivamente. La ecuación de predicción sugirió que a valores de pH de 1.5 y elevando la temperatura a 90 °C podríamos obtener valores cercanos al 10 % de rendimiento, lo que asemejaría a lo obtenido en cáscara de naranja.

KEYWORDS

Banana peel, pectin, acid hydrolysis.

Abstract

The increase in global banana production presents a rise in agro-industrial waste. For this reason, the banana peel and the stem are the most important objects for this study. Both parts of the plant report considerable values of pectin as the main component of its cell wall. The banana peel (*Musa x paradisiaca*) used in this research, was collected from the northern region of the state of Veracruz. It was subjected to an enzyme inactivation process for its subsequent extraction of pectin using a full 22-factorial design. The variables were the pH (1.5, 2) and the temperature (60 and 70 °C); the response was the extraction yield with acid hydrolysis. Data analysis was performed using an analysis of variance and the comparison of means was done through a Tukey-Kramer test using a p-value ≤ 0.05 . The objective of this research was to optimize the pectin extraction process using acid hydrolysis to obtain the prediction equation. The application of the experimental design and the statistical analysis of the data showed that the optimal values of pH and temperature were 2 and 60 °C, respectively. The prediction equation suggested that at pH values of 1.5 and raising the temperature to 90 °C it is possible to obtain values close to 10 % yield, which would be similar to what is obtained in orange peel.

Introducción

Anualmente a nivel mundial se producen más de 119 millones de toneladas de plátano (FAO, 2022). México se ubica como el doceavo productor de plátano a nivel mundial y Veracruz ocupa el tercer lugar a nivel nacional, lo que vuelve al plátano una fruta de importancia económica (CEDRSSA, 2019). En 2017, la Comisión para la Cooperación Ambiental (CCA) reportó que México produce cerca de 35 millones de toneladas de residuos orgánicos, de los cuales aproximadamente el 3% de los residuos corresponden a cáscara de plátano (Vu *et al.*, 2017).

El plátano (*Musa x paradisiaca*) es uno de los principales cultivos frutales cultivados por sus frutos comestibles en regiones tropicales y subtropicales (Velasteguí *et al.*, 2017; Heuzé *et al.*, 2016). Algunos estudios han demostrado que la cáscara de plátano contiene nutrientes tales como carbohidratos, proteínas, grasas, fibras, vitaminas y fitoquímicos, además, su alto contenido de humedad la convierte en un residuo altamente perecedero (Pyrar, 2018; Lee *et al.*, 2010). Actualmente la cáscara de plátano ha adquirido gran interés desde el punto de vista económico y ambiental debido a que se considera una fuente de nanofibras de celulosa, compuestos fenólicos y pectina (Rendón *et al.*, 2018; Oliveira *et al.*, 2016; Robinson, 2012)

La pectina es un heteropolisacárido estructural presente en las paredes celulares primarias de la mayoría de las plantas, la cual le proporciona resistencia mecánica y flexibilidad. Este carbohidrato es considerado un ingrediente funcional de alto valor debido a sus propiedades emulsificantes y gelificantes (Khamsucharit *et al.*, 2018; Methacanon *et al.*, 2014). En el mercado son más valoradas aquellas pectinas de alto grado de esterificación puesto que gelifican bajo condiciones ácidas, lo que las vuelve altamente viables para su aplicación en derivados de frutas y lácteos (Rivadeneira *et al.*, 2020; D'Addosio, 2005).

Varios autores han determinado que el método de extracción de pectina más efectiva es mediante hidrólisis ácida utilizando temperaturas entre 60 °C a 90 °C y pH de 1.5 a 3. Sin embargo, el rendimiento dependerá también de otros factores tales como, la especie del plátano, grado

de madurez, entre otros (Rengifo-Avala & Macías-Moreira, 2019; Rendón *et al.*, 2018; Guerrero *et al.*, 2017; Urango-Ramos *et al.*, 2017). Determinar las condiciones óptimas para la extracción de pectina de manera experimental, representa un alto costo, debido al uso de reactivos, equipos y tiempo de ejecución. El diseño de experimentos permite evaluar los factores que influyen en un sistema particular por medio de enfoques estadísticos combinando enfoques del conocimiento teórico y el conocimiento práctico de los factores particulares a estudiar. Adicionalmente, permite describir la interacción de las variables y los participantes, detalla el número de variables o factores independientes, los niveles de cada variable y sus nombres, lo cual mejora comprensión de un experimento y el cómo se recopilaban los datos (Knight, 2010; Hanrahan *et al.*, 2005). Asimismo, esta herramienta permite realizar una investigación objetiva y controlada, maximizando la precisión y obteniendo conclusiones específicas referentes a una hipótesis en específico (Bell, 2009). Es por ello que el objetivo del presente trabajo es aplicar un diseño de experimentos para la determinación de los parámetros óptimos para la extracción de pectina de cáscara de plátano (*Musa x paradisiaca*).

Material y métodos

La extracción de pectina se realizó mediante una hidrólisis ácida. El proceso se llevó a cabo en 4 etapas, las cuales consisten en la obtención de la materia prima, pretratamiento de la muestra, la hidrólisis ácida donde se aplicó un diseño factorial completo 2^2 y la precipitación de la pectina.

Obtención y recolección de la materia prima

La cáscara de plátano (*Musa x paradisiaca*) se obtuvo de diferentes puntos de conveniencia de la zona norte del estado de Veracruz (Gutiérrez Zamora, Papantla, Poza Rica y San Rafael). Las cáscaras se almacenaron en refrigeración a 6 °C durante un tiempo máximo de 24 horas.

Pretratamiento de la muestra

Las cáscaras se lavaron con agua destilada para retirar residuos de pulpa y suciedad. Posteriormente, se sometieron a un proceso de inactivación de pectinasas.

Para ello, las cáscaras se cubrieron con agua destilada y se colocaron en una parrilla de calentamiento (CIVEQ, 79-MASTER, México), a 95 °C durante 15 min. Al finalizar la inactivación las cáscaras se cortaron en trozos de aproximadamente 2 cm² y se secaron a 60 °C durante 24 h en un horno (ECOSHEL, 9023A, Monterrey, NL, México). Finalmente, la cáscara seca fue molida utilizando una licuadora convencional (Oster, Soho Lite 2), la harina obtenida se almacenó en tubos cónicos a temperatura ambiente (-25 °C) (Khamsucharit *et al.*, 2017).

Diseño experimental

Se utilizó un diseño factorial completo 2², con un total de 4 tratamientos lo cuales se realizaron por triplicado. Los factores utilizados fueron pH (1.5 y 2) y temperatura (60 y 70 °C), y como variable respuesta el rendimiento de extracción de pectina (Tabla 1).

Tabla 1. Diseño experimental

Muestra	pH	Temperatura (°C)
M1	1.5	60
M2	1.5	70
M3	2	60
M4	2	70

Hidrólisis ácida

Se elaboraron dos soluciones de cáscara de plátano (% p/v), el pH de las soluciones se ajustó utilizando HCl 0.1 N, los valores de pH utilizados fueron 1.5 y 2, las lecturas de pH se midieron utilizando un potenciómetro (Hanna Edge, HI2020-01, México). Cada una de las soluciones se calentaron a dos temperaturas diferentes (60 °C y 70 °C) en un plato de calentamiento (CIVEQ, 79-MASTER, México) durante 45 min. Posteriormente las muestras se filtraron y se centrifugaron a 3000 rpm durante 10 min utilizando una centrífuga digital (VELAB, VE-4000, México) (Arellanes *et al.*, 2011).

Precipitación de pectina

La pectina presente en las muestras se precipitó adicionando 60 % (v/v) de etanol al 96 % (v/v). La solución obtenida se filtró, recuperando el filtrado el cual se secó a 60 °C en un horno de secado (ECOSHEL, 9023A, Monterrey, NL, México) hasta alcanzar peso constante, el rendimiento de pectina se obtuvo mediante la Ecuación 1 (Valentina *et al.*, 2018).

$$\% \text{ pectina (Rendimiento)} = \frac{\text{peso de la pectina posterior al secado}}{\text{peso de la cáscara seca}} * 100\%$$

Análisis estadístico

Todos los tratamientos se realizaron por triplicado y los resultados se expresaron como la media ± desviación estándar. Las diferencias significativas se determinaron mediante la prueba de Tukey-Kramer, con un nivel de significancia $p \leq 0.05$. Los datos se evaluaron mediante análisis de varianza unidireccional (ANOVA) utilizando el software JMP V.8 (SAS Institute Inc., Cary, NC). Finalmente

se obtuvo la ecuación de predicción donde se modificaron los valores de pH y temperatura hasta alcanzar los de mayor rendimiento.

Resultados y Discusión

El rendimiento de pectina obtenido de los diferentes tratamientos aplicados se muestra en la Tabla 2. El tratamiento con mayor rendimiento de pectina (4.67 % ± 1.11) fue a 60 °C y pH de 2 (M2). El análisis de varianza demostró una R² de 0.77 y un valor de $p = 0.0061^*$. De los resultados obtenidos se observa que el tratamiento M2 presenta diferencia significativa entre todos los tratamientos, mientras que los tratamientos M1, M3 y M4 no presentaron diferencia significativa. El rendimiento obtenido en la M2 se asemeja a lo reportado por Arellanes *et al.* (2011), quienes obtuvieron un rendimiento de 4.31 % realizando una hidrólisis con HCl a un pH de 2, 85 °C durante 60 min. A pesar de que los resultados son similares el tratamiento aplicado por Arellanes *et al.* (2011) se realiza a una mayor temperatura y tiempo de reacción lo que implica un gasto energético más alto. Sin embargo, el valor máximo de rendimiento de pectina se encuentra por debajo de los obtenidos en otros frutos, de acuerdo con lo reportado por Khamsucharit *et al.*, (2017) quienes indican que frutos como la pulpa de manzana y la cáscara de naranja presentan valores de 10 % y 19 % respectivamente.

Tabla 2. Rendimiento de extracción de pectina

Temperatura (°C)	pH	Pectina (%)
60	1.5	21±0.61 ^a
60	2	4.67±1.11 ^b
70	1.5	2.14±0.73 ^a
70	2	1.77±0.53 ^a

*Los datos representan la media ± desviación estándar. a-b Letras diferentes en la misma columna muestran diferencia estadística significativa $p \leq 0.05$

El análisis estadístico del diseño factorial completo demostró que la interacción doble Temperatura*pH es estadísticamente significativa ($p \leq 0.0111$), por lo que se analizó la interacción en la que el rendimiento de pectina es mayor al aumentar la temperatura y el pH. En la Figura 1 se muestra el comportamiento de los datos de interacción, donde la línea roja representa el comportamiento general y las líneas punteadas muestran el comportamiento de la recta de acuerdo con las desviaciones estándar.

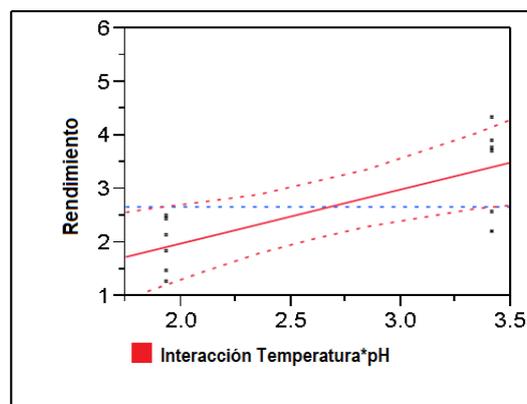


Figura 1. Gráfico de comportamiento de la interacción temperatura*pH respecto al rendimiento de pectina

Los resultados obtenidos indican que las condiciones en las

que se realizaron los tratamientos generan rendimientos de pectina a partir de cáscara de plátano (*Musa x paradisiaca*) menores en comparación los obtenidos a partir de otros frutos (Wang *et al.*, 2014).

El modelo de optimización realizado se presenta en la siguiente ecuación.

$$\% \text{Rendimiento} = 2.6717 - 0.7133 * \left(\frac{\text{pH} - 1.75}{0.25} \right) + 0.5517 * \left(\frac{T - 65}{5} \right) + \left(\frac{\text{pH} - 1.75}{0.25} \right) * \left(\frac{T - 65}{5} \right) * -0.7367$$

El cual se obtuvo a partir de los valores presentados en el diseño experimental, con la finalidad de aumentar el rango de experimentación, adicionalmente la hidrólisis se realizó a 90 °C. Del modelo de optimización se obtuvo que el mayor rendimiento (10 %) se obtiene a un pH de 1.5 y 90 °C, el cual es similar al obtenido a partir de la extracción de pectina en cáscara de naranja. De igual forma, el rendimiento obtenido a partir de la ecuación de predicción demuestra que al aumentar la temperatura el porcentaje de pectina obtenida aumenta, esto es similar a lo reportado por Alcántara *et al.*, (2022) quienes obtuvieron un aumento en el rendimiento de pectina que alcanzó el 32.89 % base seca mediante una hidrólisis ácida a 85 °C durante 5 h en plátano de la variedad *Musa acuminata X Musa balbisiana BBB*.

Conclusiones

La hidrólisis ácida aplicada para la extracción de pectina de cáscara de plátano (*Musa x paradisiaca*) es un método viable, donde es posible obtener rendimientos adecuados utilizando tiempos y temperaturas menores a lo reportado por otros autores. De igual forma, es sustancial destacar la importancia de la aplicación de diseños experimentales para la optimización de los procesos, puesto que no solamente funcionan para el análisis estadístico de la información, sino que también pueden utilizarse para predecir comportamientos y ahorrar recursos en la generación de nueva información. Esto se logra a partir de la obtención de las ecuaciones de predicción las cuales nos indicarían el resultado posible a obtener en diferentes valores de pH y temperatura, permitiendo con ello obtener datos de la predicción del comportamiento de una experimentación.

Contribución de los autores

NSO, diseño, recolección de datos, redacción.
BRC, recolección de datos, redacción.
LMPT, recolección de datos, redacción.
XVR, recolección de datos, redacción.
IHM, recolección de datos, análisis estadístico, redacción.

Financiamiento

No se recibió ningún patrocinio para llevar a cabo este artículo.

Conflicto de intereses

Los autores declaran no tener conflicto de intereses.

Presentaciones previas

Ninguna.

Referencias

- Alcántara, G. A. P., Gaban, P. J. V., Rivadeneira, J. P., & Castillo-Israel, K. A. T. (2022). Citric Acid Method Optimization for Pectin Extraction from Unripe 'Saba' Banana (*Musa acuminata X Musa balbisiana BBB*) Peels. In *Materials Science Forum* (Vol. 1069, pp. 219-230). Trans Tech Publications Ltd.
- Arellanes, A., Jaraba, M., Mármol, Z., Páez, G., Mazzarri, C. A., & Rincón, M. (2011). Obtención y caracterización de pectina de la cáscara del cambur manzano (*Musa AAB*). *Rev. Fac. Agron*, 28, 523-539.
- Bell, S. (2009). *Experimental Design*. En R. Kitchin & N. Thrift (Eds.), *International Encyclopedia of Human Geography* (pp. 672-675). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-008044910-4.00431-4>
- CCA. (2017). *Caracterización y gestión de los residuos orgánicos en América del Norte, informe sintético*, Comisión para la Cooperación Ambiental, Montreal, 52 pp.
- CEDRSSA. (2019). *La producción y el comercio del plátano*. Palacio Legislativo de San Lázaro, Ciudad de México.
- D'Addosio, R, Páez, G, Marín, M, Mármol, Z, & Ferrer, J. (2005). Obtención y caracterización de pectina a partir de la cáscara de parchita (*Passiflora edulis f. flavicarpa Degener*). *Revista de la Facultad de Agronomía*, 22(3), 241-251. Recuperado en 19 de junio de 2024, de http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0378-78182005000300004&lng=es&tlng=es.
- FAO. *Cultivos y productos de ganadería*. Disponible en: <http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC> (Recuperado el 12 de octubre de 2022).
- Guerrero, G., Suárez, D., & Orozco, D. (2017). Implementación de un método de extracción de pectina obtenida del subproducto agroindustrial cascarilla de cacao. *Temas agrarios*, 22(1), 85-90
- Hanrahan, G., Zhu, J., Gibani, S., & Patil, D. G. (2005). *Chemometrics and statistics | Experimental Design*. En P. Worsfold, A. Townshend, & C. Poole (Eds.), *Encyclopedia of Analytical Science (Second Edition)* (pp. 8-13). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B0-12-369397-7/00079-0>
- Heuzé V., Tran G., Archimède H. *Banana peels*. feedipedia, a programme by INRAE, CIRAD, AFZ and FAO. 2016. <https://www.feedipedia.org/node/684> .
- Khamsucharit, P., Laohaphatanalert, K., Gavinlertvatana, P., Sriroth, K., & Sangseethong, K. (2018). Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties. *Food science and biotechnology*, 27(3), 623-629.
- Knight, K. L. (2010). Study/Experimental/Research Design: Much More Than Statistics. *Journal of Athletic Training*, 45(1), 98-100. <https://doi.org/10.4085/1062-6050-45.1.98>
- Lee, E. H., Yeom, H. J., Ha, M. S., & Bae, D. H. (2010). Development of banana peel jelly and its antioxidant and textural properties. *Food Science and Biotechnology*, 19(2), 449-455.
- Methacanon, P., Krongsin, J., & Gamonpilas, C. (2014). Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties. *Food Hydrocolloids*, 35, 383-391.

15. Oliveira, T. Í. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Pereira, P. H. F., Moates, G. K., Wellner, N., Mazzetto, S. E., Waldron, K. W., & Azeredo, H. M. C. (2016). Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chemistry*, 198, 113-118. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.08.080>
16. Pyar, H. (2018). Chemical Compositions of Banana Peels (*Musa sapientum*) Fruits cultivated in Malaysia using proximate analysis. *Research Journal of Chemistry and Environment*, 6.
17. Rendón C. O., & Rendón-Hoyos, M. (2018). Utilización de plátano (*Musa paradisiaca*) como fuente energética en avicultura. Congreso de Medicina Veterinaria y Zootecnia. Medellín (Colombia); Dic 1976p. 52-69 (No. Doc. 1572)* CO-BAC, Santafé de Bogotá).
18. Rengifo-Álava, Y. J., & Macías-Moreira, J. C. (2019). Evaluación de dos métodos de extracción de pectina de la cáscara de cacao (*theobroma cacao*) (Master's thesis, Calcuta: ESPAM MFL).
19. Rivadeneira, J. P., Wu, T., Ybanez, Q., Dorado, A. A., Migo, V. P., Nayve, F. R. P., & Castillo-Israel, K. A. T. (2020). Microwave-assisted extraction of pectin from "Saba" banana peel waste: Optimization, characterization, and rheology study. *International Journal of Food Science*, 2020.
20. Robinson, J. C., & Galán Saúco, V. (2012). Plátanos y bananas. Editorial Paraninfo.
21. Urango-Ramos, A. F. (2021). Seguimiento y evaluación de labores fitosanitarias en el cultivo de banano (*Musa AAA Cavendish*) en la empresa Banaexport SAS Carepa-Antioquia.
22. Valentina, R. P., Marisol, H. C., & de Puebla, S. N. (2018). Obtención de pectina a partir de las cáscaras de plátano para su aprovechamiento. *Revista Ingeniantes*, 5(2), 2.
23. Velasteguí, A. J. H., Arévalo, A. E. B., & Bloisse, S. Y. T. (2017). Análisis sobre el aprovechamiento de los residuos del plátano, como materia prima para la producción de materiales plásticos biodegradables. *Dominio de las Ciencias*, 3(2), 506-525.
24. Vu, H. T., Scarlett, C. J., & Vuong, Q. V. (2017). Optimization of ultrasound-assisted extraction conditions for recovery of phenolic compounds and antioxidant capacity from banana (*Musa cavendish*) peel. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(5), e13148.
25. Wang, X., Chen, Q., & Lü, X. (2014). Pectin extracted from apple pomace and citrus peel by subcritical water. *Food Hydrocolloids*, 38, 129-137.