

## Obtención y caracterización de pectina de la cascara del cambur manzano (*Musa AAB*)

### Pectin yield and characterization from “Manzano” banana peels (*Musa AAB*)

A. Arellanes, M. Jaraba, Z. Mármol, G. Páez,  
C. Aiello Mazzarri y M. Rincón

Departamento de Ingeniería Bioquímica, Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad del Zulia, Apartado 526. Maracaibo 4001-A, estado Zulia, Venezuela.

### Resumen

Se estudió la obtención y caracterización de pectina de la corteza de cambur manzano (*Musa sp* (L.) ‘AAB’ ‘Silk’). La pectina se obtuvo por el método de hidrólisis ácida empleando ácido cítrico y ácido clorhídrico como agentes de extracción, 60 min de calentamiento a 85°C a pH 2,0 y 3,0 para cada agente. Esta se caracterizó en términos de humedad, cenizas, tiempo de gelificación, peso equivalente, contenido de metoxilo, viscosidad relativa y contenido de ácido anhidrouónico (AUA). El mayor rendimiento de pectina, expresado en base seca fue de 16,14%, empleando ácido cítrico como agente de extracción para un pH de 2,0. Esta pectina presentó el mayor contenido de AUA con un 94,38 %, con un tiempo de gelificación de 12,84 min, peso equivalente de 7210,6 g/e y contenido de metoxilo de 3,23%. La pectina de mejor calidad resultó ser la extraída a pH 3 para el ácido clorhídrico, presentando un peso equivalente de 9944,3 g/e, contenido de AUA de 84,21%, tiempo de gelificación 10,22 min y contenido de metoxilo de 3,73%. En cuanto al contenido de metoxilo y viscosidad relativa no se encontraron diferencias significativas ( $P>0,05$ ) originadas por el pH para ambos agentes de extracción. Todos los extractos de pectina obtenidos fueron de bajo metoxilo.

**Palabras clave:** Pectina, hidrólisis ácida, cambur manzano, *Musa AAB Silk*.

## Abstract

This study was carried out in order to obtain and characterize pectin from “Manzano” banana peels (*Musa* sp (L.) AAB) ‘Silk’. It was obtained by the acid hydrolysis method employing citric acid and hydrochloric acid as extracting agents, at 85°C for 60 minutes and at pH’s of 2 and 3 for each extracting agent. Quality of extracted pectin was determined by humidity evaluation, ashes, gelling time, equivalent weight, metoxil content, viscosity and anhydrouronic acid (AUA) content. The highest pectin yield, expressed as dry weight, was 16.14%, using citric acid as extracting agent at pH of 2. This pectin had the higher AUA value of 94.38%, with gelling time of 12.84 minutes, equivalent weight of 7210.6 g/e, and metoxil content of 3.23%. The best quality pectin was extracted with hydrochloric acid (HCl) at pH 3 with equivalent weight of 9944.3 g/e, AUA content of 84.21%, gel time of 10.22 minutes and metoxil content of 3.73%. Metoxil content and relative viscosity values remained unaffected by pH of both extracting agents. All pectin extracts obtained were of low metoxil content.

**Key words:** pectin, acid hydrolysis, apple banana, *Mussa* AAB Silk.

## Introducción

La pectina es un carbohidrato complejo, el cual es uno de los principales componentes de la pared celular primaria y media en los tejidos vegetales (Xuewu *et al.*, 2008). Es un polímero del ácido D-galacturónico (al menos 65%) unidos mediante enlaces a (1-4), con un número variable de esteres metílicos (Liu *et al.*, 2006), el cual es capaz de formar geles con azúcares y ácidos, bajo condiciones adecuadas. Las pectinas se clasifican normalmente de acuerdo al contenido de esteres metílicos o grado de metoxilación (GM) en pectinas de bajo metoxilo (GM<50) y de alto metoxilo (GM50). La capacidad de formar geles depende del grado de esterificación y del tamaño de la molécula (Kurita *et al.*, 2008).

Las pectinas son ampliamente empleadas en la industria alimenticia, en la cual se ha utilizado como

## Introduction

Pectin is a complex carbohydrate, which is one of the main components of the primary and medium cellular wall of the vegetal tissues (Xuewu *et al.*, 2008). It is a D- galacturonic acid (at least 65%) joined by a bonds (1-4), with a variable number of methilic esthers (Liu *et al.*, 2006), which is capable of forming gels with sugars and acids under adequate conditions. Pectins are normally classified according to the content of methilic esthers content of metoxil grade (GM) in pectins with low metoxil (GM<50) amd high metoxil (GM>50). The capacity of forming gels depends on the esterification grade and the mollecule’s size (Kurita *et al.*, 2008).

Pectins are widely employed on the food industry, where have been used as food thickener, texturizer, emulsifier and stabilizing; as well as gelling for jellies as filling and

espesante, texturizante, emulsionante y estabilizante. Así como también, como agente gelificante en mermeladas y jaleas, como material de relleno y estabilizador en productos de confitería, productos lácteos, preparados de frutas y vegetales, rellenos de repostaría, glaseados y escarchados, como sustituto de grasas en aderezos para ensaladas, helados y productos cárnicos emulsionados (Liu *et al.*, 2006). Otras aplicaciones incluyen productos farmacéuticos y biomédicos, por el atractivo de la pectina como un biopolímero no tóxico, biocompatible y biodegradable (Sriamornsak *et al.*, 2008a), también se ha empleado, como material de recubrimiento y portador de fármacos (Sriamornsak, 1998, Perera *et al.*, 2010) dadas su propiedades bioadhesivas, que permiten la liberación y entrega óptima del fármaco en los tejidos (Sriamornsak *et al.*, 2008b; Sharma and Ahuja, 2011).

Aunque las pectinas pueden encontrarse y extraerse de diversas frutas y vegetales, la industria tradicionalmente utiliza pulpa de manzana y cascara de cítricos, principalmente de limón y naranja, como materia prima para la producción de pectina (Happi Emaga *et al.*, 2008b). El consumo de pectinas en el mundo está constantemente en aumento, sobrepasando las 20,000 toneladas por año, siendo Estados Unidos, Dinamarca y Alemania los principales países productores de pectina comercial (Ptichkina *et al.*, 2008). Esta demanda mundial de pectina, hace que la búsqueda de materia primas potenciales sea una tarea constante para la ciencia y la industria, especialmente en aquellos países con alto consumo y altos niveles de

stabilizing material in sweetened products, dairy products, fruits and vegetables products, filling for pastries, as well as fats' substitutes in dressings for salads, ice creams and emulsinated meat product (Liu *et al.*, 2006). Other applications include pharmaceutical and biomedical products for the attractive of the pectin as a non toxic biopolymer, bio-compatible and bio-degradable (Sriamornsak, 1998, Perera *et al.*, 2010) due to the bio-adhesive properties that allow the liberation and optimum delivery of the medicine in the tissues (Sriamornsak *et al.*, 2008b; Sharma and Ahuja, 2011).

Though pectins might find and extract from diverse fruits and vegetables, the industry traditionally use the pulp of apple and peels of critics, mainly of lemon and orange, as raw matter for the production of pectin (Happi Emaga *et al.*, 2008b). The consumption of pectins in the world is constantly in increment, overpassing the 20.000 tons, being United States, Denmark and German the main producer countries of commercial pectin (Ptichkina *et al.*, 2008). This worldwide demand of pectin makes that the search of potential raw matter be a constant rate for the science and industry, especially in those countries with high consumption and high importing levels of the commercial product, evaluating crops traditionally non used, as well as residual and waste generated product from the processing of fruits and vegetables.

Bananas and plantain, generally known as banana, belong to the group of monocotyledoneas, escitaminea orden and musaceae family. Almost all

importación del producto comercial, evaluando cultivos tradicionalmente no utilizados, así como los residuos y desechos generados producto del procesamiento de frutas y vegetales.

Los cambures y los plátanos, conocidos en forma general con el término de bananas, pertenecen al grupo de las Monocotiledóneas, orden Escitamiéa, y la familia de las Musaceae. Casi todas las variedades de fruto comestible conocido surgió de dos especies diploides de *Musa acuminata* (AA) y *Musa balbisiana* (BB) (Guylene *et al.*, 2009, Happi Emaga *et al.*, 2007). Los clones cultivados más importantes son el plátano (*Musa AAB* sub-grupo plátano cv. hartón.) y el cambur manzano (*Musa* sp (L.) *AAB*, sub-grupo Manzano cv. Manzano, 'Silk') ya que sus frutos son utilizados para alimentación de seres humanos en Venezuela y en diferentes regiones del mundo (Abreu *et al.*, 2007, Haddad and Borges 1992).

En Venezuela se cultivan 117524 hectáreas de plátanos y bananos (cambures) lo cual representa el 53% de la superficie dedicada al cultivo de frutales en el país (Rodríguez 2000). Para el año 2007 la producción de plátanos y bananas alcanzó 390319 y 512187 TM respectivamente (FAO, 2007), representando aproximadamente el 45% del volumen total de frutas producidas en el país.

El cambur Manzano se consume directamente como fruta madura. Durante la cosecha y la comercialización se genera una gran cantidad de pérdidas debido a la excesiva maduración de la fruta. En estado de madurez verde es utilizado para la elaboración de tostones caseros e

the varieties of eatable fruits came from two diploid species of *Musa acuminata* (AA) and *Musa balbisiana* (BB) (Guylene *et al.*, 2009, Happi Emaga *et al.*, 2007). The more important clones cropped are plantain (*Musa AAB* sub-group plantain cv. harton.) and manzano banana (*Musa* sp (L.) *AAB*, sub-group Manzano cv. Manzano, 'Silk') since the fruits are used for the alimentation of human beings in Venezuela and different regions of the world (Abreu *et al.*, 2007, Haddad and Borges 1992).

In Venezuela are cropped 117524 hectares of plantain and banana, which represent 53% of the surface committed to the harvest of fruits in the country (Rodríguez, 2000). For 2007, the production of plantain and banana reached 390319 and 512187 TM respectively (FAO, 2007), representing approximately 45% of the total volume of fruits produced in the country.

Manzano banana is directly consumed as ripened fruit. During its harvest and commercialization, is generated a huge quantity of losses due to the excessive ripening of the fruit. In the green ripened phase, it is used for the elaboration of homemade and industrial fried plantains "tostones", natural medicine, food, among others, leaving the peel as a residual. The skin or peel of banana represents 40% of the total weight of the fruit. This can be used as a source for extracting the pectin, giving an aggregate value to the crop, contributing to reduce the importing and reduce the environmental problem derived from this waste.

There is little information in the literature about the extraction of pectin

industriales, medicamentos naturales, comidas, entre otros, quedando la cascara como un residuo. La piel o cascara de la banana representa un 40% del peso total de la fruta. Esta puede ser usada como fuente para la extracción de pectina, otorgándole un valor agregado al cultivo, contribuyendo a disminuir las importaciones y a mitigar el problema ambiental derivado de este desecho.

No existe mucha información en la literatura acerca de la extracción de pectina de la cascara de banana, Madhav y Pushpalatha (2002) publicaron un reporte sobre la extracción y caracterización de pectinas de varios desechos de frutas, incluyendo la cascara de banana. Happi Emaga *et al.* (2007) estudiaron los efectos del estado de maduración y variedad sobre la composición química de la cascara de banana y plátano, Happi Emaga *et al.* (2008a) evaluaron los componentes de la fibra dietética y las características químicas de la pectina extraída de cascara de banana y plátano durante la maduración, encontrando que en todas las etapas de maduración, las cascara de banana contienen mas pectina que las cascara de plátano, con un mayor contenido de ácido galacturónico y mayor grado de metilación. Reportan además que la extracción ácida en caliente fue la más eficiente para aislar las pectinas de la cascara de banana. Happi Emaga *et al.* (2008b) utilizaron un diseño experimental para estudiar la influencia del pH, temperatura y tiempo sobre la extracción de pectina de la cascara de banana, encontrando que el pH fue el factor de mayor influencia sobre el rendimiento y la composición química de

and banana's peel, Madhav and Pushpalatha (2002) published a report about the extraction and characterization of pectin of different wastes of fruits, including banana's peel. Happi Emaga *et al.*, (2007) studied the effects of the ripening phase and the variety on the chemical composition of the banana's peel and plantain, Happi Emaga *et al.*, (2008a) evaluated the components of the dietetic fiber and the chemical characteristics of pectin extracted from banana's peels and plantain during ripening, finding that in all the ripening phases, the banana's peels have more pectin than plantain's peels, with a higher content of galacturonic acid and higher grade of methylation. Also, they report that the acid extraction in hot was more efficient to isolate the pectin of the banana's peel. Happi Emaga *et al.*, (2008b) used an experimental design to study the influence of pH, temperature and time on the pectin's extraction of banana's peels, finding that pH was the factor with highest influence on yield and chemical composition of pectin. Low values of pH affect negatively the content of galacturonic acid of pectin, but increment the molecular weight.

The objective of this research was obtaining and characterizing pectin from the cortex of manzano banana (*Musa* sp (L.) 'AAB' 'Silk', through acid hydrolysis employing citric acid and hydrochloric acid as extracting agents at pH values from 2.0 to 3.0.

## Materials and methods

### Raw matter

Peels of green Manzano banana (*Musa* sp. (L.) 'AAB', 'Silk') were

la pectina. Valores bajos de pH afectan negativamente el contenido de ácido galacturónico de la pectina, pero incrementan el peso molecular.

El objetivo de este trabajo fue obtener y caracterizar pectina de la corteza de cambur manzano (*Musa sp* (L.) 'AAB' 'Silk', mediante hidrólisis ácida empleando ácido cítrico y ácido clorhídrico como agentes de extracción a valores de pH 2,0 y 3,0.

## **Materiales y métodos**

### **Materia Prima**

Se emplearon cascaras de cambur Manzano (*Musa sp* (L.) 'AAB, 'Silk') verde, con un peso total de 91 kg, provenientes de cinco racimos cosechados en la zona del Sur del Lago de Maracaibo, estado Zulia, Venezuela.

### **Preparación de la materia seca**

Se seleccionaron las cáscaras del cambur manzano de color verde en buen estado (sin hongos y sin descomposición) retirando el resto de la pulpa de forma manual y lavando con abundante agua destilada para retirar los trozos de pulpa restante, suciedad o agentes contaminantes que pudieran afectar el proceso. Luego, se trituraron en una licuadora, agregando agua destilada en una proporción líquido-sólido 0.3:500 (L: g), para aumentar el área superficial de contacto y facilitar el proceso de extracción. Las cáscaras trituradas se colocaron en un colador con tela de liencillo, se lavaron con abundante agua destilada y se dejaron secar al aire, para luego pasarlas a un recipiente con agua, en una relación de 1 L de agua por cada 300 g agregados, calentando a una temperatura de

empleado, with a total weight of 91 Kg, coming from five branches harvested in the South of Maracaibo's Lake, Zulia state, Venezuela.

### **Preparation of the dry matter**

Were selected the green peels of the manzano banana in good shape (without fungi and decomposition) removing the rest of the pulp manually and washing with abundant distilled water to eliminate the rest of the pulp, dirtiness or polluting agents that might affect the process. Then, were blended aggregating distilled water in a liquid-solid proportion 0.3:500 (L: g), to increase the superficial area of contact and facilitate the extracting process. The blended peels were put on a strainer lined with cotton cloth, were washed with abundant distilled water and let dried, later, were passed to a recipient with water in a relation of 1L of water per each 300 g added, heating at a temperature from 95 to 98°C for 15 min, with the aim of eliminating the microorganisms present and inactivate the enzymes that might degrade the pectin. After this time, the mix was filtered and washed until extracting all the soluble solids, sugars and impureness of the mix (0° Brix) later was dried at 60°C until reaching a constant weight. The dry peels were powered and sieved with a cloth and stored hermetically for its posterior acid hydrolysis in hot (Devia, 2003; Herbstreith & Fox, 1997).

### **Pectin's extraction by acid hydrolysis**

50 g of dried powered peel were put on a glass recipient, and distilled water was added until completing 1

95 y 98°C durante 15 min, con la finalidad de eliminar los microorganismos presentes e inactivar las enzimas que pueden degradar la pectina. Transcurrido ese tiempo, la mezcla se filtró y se lavó hasta extraer todos los sólidos solubles, azúcares e impurezas de la mezcla (0° Brix) y luego se secó a 60°C hasta alcanzar peso constante. Las cascara secas se pulverizaron y tamizaron con una malla y se envasaron herméticamente para su posterior hidrólisis ácida en caliente (Devia, 2003; Herbstreith & Fox, 1997).

### **Extracción de la pectina por hidrólisis ácida**

Se colocaron 50 g de cascara seca pulverizada en un recipiente de vidrio y se agregó agua destilada hasta completar 1 L de solución. La mezcla se agitó uniformemente y se ajustó el pH de la solución usando ácido clorhídrico (HCl, 37% de pureza) y ácido cítrico hasta el valor deseado (pH 2,0 y 3,0). La solución se calentó a 85°C durante 60 min, con agitación constante para evitar que el material sólido se depositara en el fondo del recipiente. Transcurrido el tiempo, se suspendió la agitación y la mezcla se filtró usando tela de liencillo, presionando suavemente para separar el material sólido de la solución líquida. El líquido se enfrió rápidamente por debajo de 25°C para minimizar la degradación de la pectina por efecto del calor y se centrifugó durante 10 min a 3000 rpm. Al líquido resultante se le agregó 2-propanol al 95% en volumen equivalente al 70% del volumen del líquido a precipitar, agitando lenta y uniformemente. Posteriormente, se dejó reposar por 30 min, hasta que la pectina sobrenadó en la superficie.

L of the solution. The mix was agitated uniformly and the pH of the solution was adjusted using hydrochloric acid (HCl, 37% of pureness) and citric acid until reaching a desired value (pH 2.0 and 3.0). The solution was heated at 85°C for 60 min, with a constant agitation to avoid that the solid material deposit at the bottom of the recipient. After this time, the agitation was suspended and the mixed was filtered using a cotton cloth, pressing softly to divide the solid material from the liquid solution. The liquid got cold easily under 25°C to minimize the degradation of pectin by effect of heat and centrifuged for 10 min at 3000 rpm. To the resultant liquid was added 2-propanol at 95% in volume equal to 70% of the liquid volume to precipitate, agitating softly and uniformly. Later, it was let stand for 30 min, until the pectin remained in the surface. It was divided from the solution filtering with cotton cloth and washed in a recipient with 2-propanol volume at 50%, agitating several times and filtering on the cotton cloth. This wash was done repeatedly (from 3 to 5) until washing resulted negative to the chloride test with plate nitrate, which consists on adding 0.5 g of plate nitrate to the washing water. Later, the extracted pectin was extended in glass capsules and dried in a stove at 40°C until reaching constant weight. Finally, the dry pectin was shredded and powered with a mill until goes through a sieve with a particle size lower to 425  $\mu\text{m}$  (0.0165 inch) and stored in small jars hermetic in a place free of humidity (Devia, 2003; McCready and Owens, 1952).

Se separó de la solución filtrando con tela de liencillo y se lavó en un recipiente con dos volúmenes de 2-propanol al 50%, agitando varias veces y filtrando sobre la tela de liencillo. Este lavado se realizó repetidas veces (de 3 a 5) hasta que el lavado resultó negativo a la prueba de cloruros con nitrato de plata, la cual consiste en agregar 0,5 g de nitrato de plata al agua de lavado. Luego, la pectina extraída se colocó de forma extendida en cápsulas de vidrio y se secó en una estufa a 40°C hasta alcanzar peso constante. Finalmente, la pectina seca se trituró y pulverizó con un molino hasta pasar por un tamiz con tamaño de partícula menor a 425  $\mu\text{m}$  (0,0165 pulg) y se almacenó en frascos pequeños herméticos en un lugar libre de humedad (Devia, 2003; McCready y Owens, 1952).

### **Caracterización de la pectina**

La pectina se caracterizó en términos de contenido de humedad (Hart y Fisher, 1984), cenizas (Hart y Fisher, 1984), metoxilo (Royo, 1980), ácido anhidrouónico (McCready y McComb, 1952), tiempo de gelificación (Foda *et al.*, 1983), viscosidad relativa (Foda *et al.*, 1983) y peso Equivalente (McCready y McComb, 1952).

### **Diseño experimental y Análisis estadístico**

El diseño experimental utilizado fue completamente aleatorio, con dos agentes extractantes y dos valores de pH con un arreglo factorial 2 x 2. Cada ensayo se realizó por triplicado y los resultados fueron interpretados mediante el análisis de varianza. El análisis de los datos se hizo a través del programa estadístico Sistema de Análisis Estadístico (SAS) Versión 8.1.

### **Characterization of the pectin**

The pectin was characterized in terms of humidity content (Hart and Fisher, 1984), ashes (Hart and Fisher, 1984), metoxil (Royo, 1980), anhydrouronic acid (McCready and McComb, 1952), gelling time (Foda *et al.*, 1983), relative viscosity (Foda *et al.*, 1983) and equal weight (McCready and McComb, 1952).

### **Experimental design and statistical analysis**

The experimental design used was completely at random, with two extracting agents and two pH values with 2 x 2 arrangements. Each essay was triplicate and the results were interpreted by the variance analysis. The data analysis was done through the statistical program of the Statistical Analysis System (SAS), 8.1 versions.

### **Results and discussion**

In table 1 are presented the results obtained from the extraction's yield, as well as the physical-chemical analysis done to the pectin extracted by acid hydrolysis of manzano banana's peels, using citric acid and hydrochloric acid at pH 2.0 and 3.0.

The extraction's yield was higher when citric acid was used as extracting agent, obtaining the highest yield, 16.14%, pH 2.0. This value resulted lower to the reported by Happi Emaga *et al.* (2008b) of 24% for extraction of pectin in banana's peels at pH 2.0, using sulphuric acid 1.0 mol.L<sup>-1</sup> and similar temperatures and extraction time (80°C, 1 hour), and by Vásquez *et al.* (2008) of 20.68% for the extraction of pectin by acid hydrolysis with HCl of plantain peels (*Musa* AAB,

## Resultados y discusión

En el cuadro 1 se presentan los resultados obtenidos del rendimiento de la extracción, así como de los análisis fisicoquímicos realizados a la pectina extraída por hidrólisis ácida de cascara de cambur manzano, utilizando ácido cítrico y ácido clorhídrico a pH 2,0 y 3,0.

El rendimiento de la extracción fue superior cuando se utilizó ácido cítrico como agente de extracción, obteniéndose el mayor rendimiento, 16,14%, a pH 2,0. Este valor resultó menor a los reportados por Happi Emaga *et al.* (2008b) de 24% para extracción de pectina en cascara de cambur a pH 2,0, utilizando ácido sulfúrico 1,0 mol.L<sup>-1</sup> y similares temperatura y tiempo de extracción (80°C, 1 hora) y

Hartón clon) for 60 min at 85°C, but higher to the reported by D'Addosio *et al.* (2005) of 14.06% for the extraction of pectin by acid hydrolysis with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> with cortex of passion fruit at pH 3.0 for 90 min, Seggiani *et al.* (2009) of 10.1% for the extraction of pectin of banana's peel. The pectin's yield of extractions at pH 2.0 was higher than pH 3.0. This tendency was also observed by Seggiani *et al.* (2009) in lemon's peels, Happi Emaga *et al.* (2008b) in banana's peel by Vásquez *et al.* (2008) in plantain's peels and Yapo *et al.*, (2007) and Levigne *et al.* (2002) in "remolacha azucarera". The increment in the yield with descend of pH on the media might be related to the extraction of different biomolecules existent in the cortex, such as starch, hemicellulose, cellulose, among others,

**Cuadro 1. Rendimiento de extracción y características fisicoquímicas de la pectina extraída por hidrólisis ácida de cascara de cambur manzano.**

**Table 1. Extraction yield and physical-chemical characteristics of the pectin extracted by acid hydrolysis of manzano banana's peels.**

Agente de Extracción	Ácido Cítrico		Ácido Clorhídrico	
pH	2,0	3,0	2,0	3,0
Rendimiento (%)	16,14 <sup>a</sup>	6,64 <sup>b</sup>	4,31 <sup>c</sup>	1,15 <sup>d</sup>
Humedad (%)	8,50 <sup>d</sup>	12,16 <sup>a</sup>	9,00 <sup>c</sup>	10,30 <sup>b</sup>
Ceniza (%)	0,91 <sup>a</sup>	0,82 <sup>b</sup>	0,68 <sup>c</sup>	0,59 <sup>d</sup>
Contenido de Metoxilo (%)	3,23 <sup>b</sup>	3,18 <sup>b</sup>	3,11 <sup>b</sup>	3,73 <sup>a</sup>
Contenido de Ácido anhidrouónico (%)	94,38 <sup>a</sup>	40,46 <sup>c</sup>	83,90 <sup>b</sup>	84,21 <sup>b</sup>
Tiempo de gelificación (min)	12,84 <sup>b</sup>	11,36 <sup>c</sup>	14,66 <sup>a</sup>	10,22 <sup>d</sup>
Viscosidad relativa (g/cmxs)	1,22 <sup>bc</sup>	1,32 <sup>ab</sup>	1,18 <sup>c</sup>	1,40 <sup>a</sup>
Peso equivalente (g/e)	7210,58 <sup>b</sup>	9496,67 <sup>a</sup>	6450,00 <sup>c</sup>	9944,33 <sup>a</sup>

Nota: Los análisis se reportan con base en el peso seco de las cáscaras de cambur manzano. Medias con superíndices diferentes en las filas difieren significativamente ( $\alpha=0.05$ )

por Vásquez *et al.* (2008) de 20,68% para la extracción de pectina por hidrólisis ácida con HCl de cascara de plátano (*Musa AAB*, clon Hartón) durante 60 min a 85°C, pero mayores al reportado por D'Addosio *et al.* (2005) de 14,06% para la extracción de pectina por hidrólisis ácida con  $H_3PO_4$  de corteza de parchita a pH 3,0, durante 90 min y por Seggiani *et al.* (2009) de 10,1% para la extracción de pectina de cascara de limón con  $HNO_3$  a pH 2,06 a 90°C. El análisis de varianza indicó que existen diferencias significativas en el rendimiento, indicando que el pH afectó el rendimiento de la extracción de pectina de la cascara del cambur. El rendimiento de pectina de las extracciones a pH 2,0 fue mayor que a pH 3,0. Esta tendencia fue también observada por Seggiani *et al.* (2009) en cascara de limón, Happi Emaga *et al.* (2008b) en cascara de banana, por Vásquez *et al.* (2008) en cascara de plátano, y por Yapó *et al.* (2007) y Levigne *et al.* (2002) en remolacha azucarera. El incremento en el rendimiento con el descenso del pH del medio podría estar asociado a la extracción de diferentes biomoléculas existentes en la corteza como almidón, hemicelulosa, celulosa, entre otros, durante el proceso de hidrólisis (Vásquez *et al.*, 2008).

El contenido de humedad es menor para las pectinas extraídas a menor pH. Los valores obtenidos para la pectina obtenida de cascara cambur manzano con HCl como agente de extracción HCl (9% y 10,3%) son menores a los valores reportados por Vásquez *et al.* (2008) de 10,62% y 11,04% para pH 2,0 y 3,0, respectivamente, usando el mismo agente de extracción en cascara de plátano. En

during the hydrolysis process (Vásquez *et al.*, 2008).

The humidity content is lower for pectin extracted in lower pH. The values obtained for the pectin obtained from manzano banana's peels with HCl as extracting agents HCl (9% and 10.3%) are lower than the values reported by Vásquez *et al.* (2008) from 10.62% to 11.04% for pH 2.0 and 3.0 respectively, using the same extracting agent in plantain peels. On the other hand, these were higher regarding the obtained by Von Loesecke (1949) of 8.05%, 7.41% and 6.91% for banana's pectin. Pectin is a substance with a great ability to retain water, thus, the water content is an important parameter for the commercialization of it, which maximum limit officially established is 12% (Food Chemical Codex, 2003).

The ashes' content is superior when was used with citric acid as extracting agent, obtaining values of 0.91% and 0.82% at pH 2.0 and 3.0 respectively, which are similar to the reported by Vásquez *et al.* (2008) of 0.57% and 0.54% for pH 2.0 and 3.0 respectively, and lower to the limit established of 1% (Food Chemical Codex, 2003). For both extracting agents, at a lower pH value, higher will be the ashes percentage obtained. The variance analysis showed significant differences between the evaluated treatments, indicating that the pH in the extracting media has an effect on the quantity of minerals present on the pectin extracted. Low contents of ash favor the formation of gel (Boonrod *et al.*, 2006). The ash's content is related to different factors such as:

contraste, fueron mayores con respecto a los obtenidos por Von Loesecke (1949) de 8,05%, 7,41% y 6,91% para pectina de bananas. La pectina es una sustancia con una gran habilidad para retener agua, por lo que contenido de humedad un parámetro importante para la comercialización de la misma, cuyo límite máximo oficialmente establecido es del 12% (Food Chemical Codex, 2003).

El contenido de cenizas es superior cuando se utilizó ácido cítrico como agente de extracción, obteniéndose valores de 0,91% y 0,82% a pH 2,0 y 3,0, respectivamente, los cuales son similares a los reportados por Vásquez *et al.* (2008) de 0,57% y 0,54% para pH 2,0 y 3,0, respectivamente y menores al límite establecido de 1% (Food Chemical Codex, 2003). Para ambos agentes de extracción, a menor valor de pH, mayor es el porcentaje de ceniza obtenido. El análisis de varianza arrojó diferencias significativas entre los tratamientos evaluados, indicando que el pH del medio de extracción tiene efecto sobre la cantidad de minerales presente en la pectina extraída. Bajos contenidos de ceniza favorecen la formación de gel (Boonrod *et al.*, 2006). El contenido de ceniza esta relacionado con diversos factores como son: región donde se cultiva y condición genética, entre otros.

El contenido de metoxilo aumenta al aumentar el pH, cuando se utilizó HCl como agente de extracción, encontrándose diferencias significativas mediante el análisis de varianza. Sin embargo, esta tendencia no se observó al utilizar ácido cítrico, no existiendo diferencias significativas entre los valores a diferente pH. Esto pudiera de-

region where it is cropped and genetic conditions, among others.

The metoxil content increases when the pH increment, when the HCl was used as an extracting agent, finding significant differences through the variance analysis. However, this tendency was not observed when using the citric acid, without significant differences among the values different to pH. This might be due to interferences by the presence of impureness as sugars, latex, and other compounds in the development of the test with citric acid. The higher content of metoxilo 3.73% was found for the pectin extracted with hydrochloric acid at pH 3.0. This value is higher to 2.22% reported by Vásquez *et al.* (2008) for the pectin extracted from the plantain's peels, but inferior to 7.03% reported by Madhav and Pushpalatha (2002) for banana's peels. The index of metoxil groups found in this research, considers the pectin obtained with low metoxil, because, according to the reported by Guzmán *et al.* (1977) this should be lower to 7%. This result might be related to the chemical composition of the evaluated fruit and on the effect, to the extracting agent that may induce the breakage of methyl esters, consequently, causing a reduction on the metoxil content (Haikel *et al.*, 2006).

The higher content of anhydrouronic acid (AUA), 94.38% was found for the pectin obtained with citric acid at pH 2.0 and the lower value 40.46%, was also obtained with this acid a pH 3.0 existing differenced among the results for the two pH values studies, probably due to the

berse a interferencias por la presencia de impurezas como azúcares, látex, gomas y demás compuestos en el desarrollo de la prueba con el ácido cítrico. El mayor contenido de metoxilo, 3,73%, se encontró para la pectina extraída con el ácido clorhídrico a pH 3,0. Este valor es mayor al 2,22% reportado por Vásquez *et al.* (2008) para pectina extraída de cascara de plátano, pero inferior al 7,03% reportado por Madhav y Pushpalatha (2002) para cascara de banana. El índice de grupos metoxilo encontrado en este estudio, considera la pectina obtenida de bajo metoxilo, ya que según lo reportado por Guzmán *et al.* (1977), este debe ser menor al 7%. Este resultado, podría estar relacionado a la composición química del fruto evaluado y al efecto del agente de extracción, que posiblemente induce el rompimiento de los esteres metílicos y en consecuencia, causa una disminución del contenido de metoxilo (Haikel *et al.*, 2006).

El mayor contenido de ácido anhidrouónico (AUA), 94,38%, se encontró para la pectina obtenida con ácido cítrico a pH 2,0 y el menor valor, 40,46%, también se obtuvo con este ácido a pH 3,0 existiendo una gran diferencia entre los resultados para los dos valores de pH estudiados, probablemente debido a la menor acción despolimerizante que causa la disminución de la concentración de iones  $[H_3O^+]$ . Por otro lado, el contenido de AUA obtenido para la pectina extraída con ácido clorhídrico, resultó similar para los dos valores de pH 2,0 y 3,0, 83,90% y 84,21%, respectivamente. El comportamiento de los agentes de extracción no coinciden en sus tendencias, quizás debido a las

lower depolymerizant action that causes the reduction of the ion concentrations  $[H_3O^+]$ . On the other hand, the AUA content obtained for the pectin extracted with hydrochloric acid, resulted similar for the two values of pH 2.0 and 3.0 83.90% and 84.21% respectively. The behavior of the extracting agents do not agree in their tendencies, maybe due to the interferences by the presence of impurities as sugars, latex, rubber, present in the cortex of banana and along to pectin were hydrolyzed. The variance analysis for this test indicated that the difference in the content of anhydrouronic acid was significant ( $P < 0.05$ ), indicating the influence of pH on the content of AUA. The values obtained in this research were superior to the reported by Vásquez *et al.* (2008) of 12.72% in pectin of plantain's peels, and Madhav and Pushpalatha (2002) of 53, 73.16 and 72.5% for pectin of peels of banana, mango and lemon respectively. These results evidence that pectin can be obtained of elevate pureness after manzano banana's peels. The AUA % is essential to determine the pureness and sterification degree of pectin, being the two main criteria the high contents of galacturonic acid and low content of ashes (Hwang *et al.* (1992).

The gelling time is high for pectin obtained with the two extracting agents. With the variance test were found significant differences indicating the influence of pH on the gelling time of the pectin extracted from the banana's cortex. The best gelling time was of 10.22 min with acid for the pectin extracted with hydrochloric acid a pH 3.0. The obtained values are

interferencias por la presencia de impurezas como azúcares, látex, gomas, presentes en la corteza del cambur y que junto con la pectina fueron hidrolizadas. El análisis de varianza para esta prueba indicó que la diferencia en el contenido de ácido anhidrouónico fue significativa ( $P < 0,05$ ), indicando la influencia del pH sobre el contenido de AUA. Los valores obtenidos en este estudio son superiores a los reportados por Vásquez *et al.* (2008) de 12,72% en pectinas de cascara de plátano y por Madhav y Pushpalatha (2002) de 53, 73,16 y 72,5% para pectinas de cascara de banana, mango y limón, respectivamente. Estos resultados evidencian que se puede obtener pectina de elevada pureza a partir de la cascara de cambur manzano. El % AUA es esencial para determinar la pureza y el grado de esterificación de las pectinas, siendo los dos criterios principales, altos contenidos de ácido galacturónico y bajos contenidos de cenizas (Hwang *et al.* (1992).

El tiempo de gelificación es alto para las pectinas obtenidas con los dos agentes de extracción. Mediante la prueba de varianza se encontraron diferencias significativas indicando la influencia del pH sobre el tiempo de gelificación de la pectina extraída de la corteza del cambur. El mejor tiempo de gelificación fue de 10,22 min con ácido para la pectina extraída con ácido clorhídrico a pH 3,0. Los valores obtenidos son comparables con los reportados por Vásquez *et al.* (2008) de 13,86 y 9,43 min para pectinas extraídas de cascara de plátano con HCl a pH 2,0 y 3,0, respectivamente.

compared to the reported by Vásquez *et al.* (2008) from 13.86 and 9.43 min for pectin extracted from plantain's peels with HCl at pH 2.0 and 3.0 respectively.

The values of the relative viscosity present statistical significant differences, finding the highest value 1.40 g.cm.s<sup>-1</sup>, for the pectin extracted with hydrochloric acid a pH 3.0, without presenting a huge difference regarding the value obtained of 1,32 g.cm.s<sup>-1</sup> for the pectin extracted with citric acid a pH 3.0. This parameter, along to the gelling time indicate that the best gelling properties were presented in the pectin extracted with HCl at pH 3.0. This behavior might be related to a lower hydrolyzing effect on the molecule during the extracting process, that translate in a lower detachment of metoxil groups and a lower rupture of the chain, seen on the content of anhydrouronic acid and the viscosity value, thus, conserving the gelling power (Foda *et al.*, 1983).

The weight equivalent to the pectin extracted from the banana increases when the pH increment for both extracting agents. The highest value 9944.3 g/e was found for the pectin extracted with the hydrochloric acid at pH 3.0. The variance analysis showed significant differences ( $P < 0.05$ ) product of the pH, indicating that when increasing the quantity of acid, reduces significantly the weight equivalent to the pectin extracted from the banana's peel. The values obtained are higher than the reported by Chacín *et al.* (2010) of 2583.33 g/e for the pectin extracted from guava "Guayaba redonda" and by D'Addosio *et al.* (2005) of 1802.5 g/e for the pectin

Los valores de la viscosidad relativa presentan diferencias estadísticamente significativas, encontrándose el mayor valor, 1,40 g.cm.s<sup>-1</sup>, para la pectina extraída con ácido clorhídrico a pH 3,0, sin presentar gran diferencia con respecto al valor obtenido de 1,32 g.cm.s<sup>-1</sup> para la pectina extraída con ácido cítrico a pH 3,0. Este parámetro junto con el tiempo de gelificación indica que las mejores propiedades gelificantes se presentaron en la pectina extraída con HCl a pH 3,0. Este comportamiento pudiera estar asociado a un menor efecto hidrolizante sobre la molécula durante el proceso de extracción, que se traduciría en un menor desprendimiento de grupos metoxilos y a menor ruptura de la cadena reflejado en el contenido de ácido anhídrouónico y el valor de viscosidad, conservando así el poder gelificante (Foda *et al.*, 1983).

El peso equivalente de la pectina extraída del cambur incrementa al aumentar el pH para ambos agentes de extracción. El valor más alto, 9944,3 g/e, se encontró para la pectina extraída con ácido clorhídrico a pH 3,0. El análisis de varianza arrojó diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) producto del pH, indicando que al aumentar la cantidad de ácido disminuye significativamente el peso equivalente de la pectina extraída de la cascara del cambur. Los valores obtenidos son mayores a los reportados por Chacin *et al.* (2010) de 2583.33 g/e para pectina extraída de guayaba redonda, y por D'Addosio *et al.* (2005) de 1802,5 g/e para pectina extraída de la corteza de parchita. De acuerdo a estos resultados se puede afirmar que la pectina extraída de la cascara de cambur es

extracted from the passion fruit's context. According to these results, it can be affirmed that the pectin extracted from the banana's peels is good-quality pectin since the equivalent weight indicated the firmness of a gel. At a higher equivalent price, higher will be the strength of the gel provided by the residuals of the galacturonic acid in the molecule (Corona *et al.*, 1996).

## Conclusions

It is possible to obtain pectin with good gelling properties after manzano banana's peels through the extraction with citric acid at pH 2.0 for 60 min at 85°C, with a yield of 16.14%, with a gelling time 12.84 min, equivalent weight of 7210.6 g/e, AUA content of 94.38%, 3.23% of metoxil and 0.91% of ashes.

The pectin extracted with hydrochloric acid at pH 3.0 in spite of the low yield 1.15, resulted to be of better quality with a better gelling time 10.22 min, equivalent time of 9933.3 g/e, AUA content of 84.21%, 3.73% of metoxil and 0.59% of ashes.

The obtaining of pectin after the manzano banana's peel, an abundant waste of the harvest places, restaurants and processing plants, has a great potential for commercial applications, reducing environmental problems and providing an aggregate value to the crop and a substitution source of importing.

## Acknowledgment

Special thanks to the Scientific and Humanistic Development Board

de buena calidad ya que el peso equivalente, indica la firmeza de un gel. A mayor peso equivalente mayor será la fuerza del gel, aportado por los residuos de ácido galacturónico en la molécula (Corona *et al.*, 1996).

## Conclusiones

Es posible obtener pectina con buenas propiedades gelificantes a partir de cáscara de cambur manzano mediante extracción con ácido cítrico a pH 2,0, durante 60 min a 85°C, con un rendimiento de 16,14%, con un tiempo de gelificación 12,84 min, peso equivalente de 7210,6 g/e, contenido de AUA de 94,38%, de metoxilo de 3,23% y de cenizas de 0,91%.

La pectina extraída con ácido clorhídrico a pH 3,0, a pesar del bajo rendimiento, 1,15%, resultó ser de mejor calidad con un tiempo de gelificación 10,22 min peso equivalente de 9944,3 g/e, contenido de AUA de 84,21%, de metoxilo de 3,73% y de cenizas de 0,59%.

La obtención de pectina a partir de la cascara de cambur manzano, un desecho abundante en los sitios de cosecha, restaurantes y plantas de procesamiento, tiene gran potencial para aplicaciones comerciales, aliviando problemas ambientales, proporcionando un valor agregado a este cultivo y una fuente de sustitución de importaciones.

## Agradecimiento

Al Consejo de Desarrollo Científico y Humanístico (CONDES) de la Universidad del Zulia (LUZ) por el

(CONDES) of “Universidad del Zulia” (LUZ) by the partial financing of this Project, as well to Jorge Ortega, PhD, by his valuable support on the statistical analysis.

*End of english version*

---

financiamiento parcial de este proyecto y al Dr. Jorge Ortega, por su valioso apoyo en los análisis estadísticos.

## Literatura citada

- Abreu, A., A. Gutiérrez, M. Quintero, L. Molina, E. Anido, E. Ablan, R. Cartay y C. Mercado C. 2007. El cultivo del plátano en Venezuela. 1ª Ed. Ciaal-Ula. Caracas, Venezuela.
- Boonrod D., K. Reanma y H. Niamsup. 2006. Extraction and physicochemical characteristics of acid-soluble pectin from raw papaya (*Carica papaya*) peel. Chiang Mai J. Sci. 33 (1):129-135.
- Chacin J., M. Marín y R. D’Addosio. 2010. Evaluación del contenido de pectina en diferentes genotipos de guayaba de la zona sur del Lago de Maracaibo. Multiciencias, 10 (1):7-12.
- Corona, M., A. Díaz, G. Páez, J. Ferrer, Z. Mármol y E. Ramones, E. 1996. Extracción y caracterización de pectina de la corteza de parchita. Revista Facultad de Agronomía (LUZ). 13:785-791.
- D’Addosio R., G. Páez, M. Marín, Z. Mármol y J. Ferrer. 2005 Obtención y caracterización de pectina a partir de la cascara de parchita (*Passiflora edulis f. flavicarpa degener*) Revista Facultad de Agronomía (LUZ) 22:240-249.
- Devia, J. 2003. Proceso para producir pectinas cítricas. Revista Universidad EAFIT - Colombia, 129 (39):21-29.
- FAO - Food and Agriculture Organization of the United Nations. 2007. FAOSTAT

- statistics database. Producción de productos alimentarios y agrícolas. Venezuela. Disponible en <http://faostat.fao.org>. Fecha de recuperación: 10 de Febrero de 2005.
- Foda, Y., A. Abd, y A. Ahmed. 1983. Rheological characteristics of pectin and sodium carboxymethyl cellulose. *Food Engineering*. 35(4):133-139.
- Food Chemical Codex. 2003. Monograph on Pectin. 5<sup>th</sup> edn. Nathional Academy of Sciences. Inc., Washington.
- Guylene A., B. Parfait, L. Fahrasmene. 2009. Bananas, raw materials for making processed food products. *Trends in Food Science & Technology*. 20:78-91.
- Guzmán, R., A. Suárez y C. Castro. 1977. Determinación del contenido de pectina en el mango y su aplicación en la elaboración de mermelada. *Boletín Informativo. Universidad Nacional de Bogotá. Bogotá, Colombia*, 25-37.
- Haddad, O. y O. Borges. 1992. Identificación de clones de bananos (cambures y plátanos) en Venezuela. Centro de Investigaciones Agronómicas, Sección Fitotecnia, Maracay. *Agronomía Tropical* 21(4):277-286.
- Haikel, G. N. Mabon, K. Nott, B. Wathelet y M. Paquot. 2006. Kinetic of the hidrolisis of pectin galacturonic acid chains and quantification by ionic chromatography. *Food Chemistry*. 96 (3):477-484
- Happi Emaga T., R.H. Andrianaivo, B. Wathelet, J. Tchango y M. Paquot M. 2007. Effects of the stage of maturation and varieties on the chemical composition of banana and plantain peels. *Food Chemistry*. 103:590-600.
- Happi Emaga, T., C. Robert, S.N. Ronkart, B. Wathelet y M. Paquot. 2008a. Dietary fiber components and pectin chemical features of peels during ripening in banana and plantain varieties. *Bioresource Technology*. 99:4346-4354.
- Happi Emaga, T., S. Ronkart, C. Robert, B. Wathelet y M. Paquot M. 2008b. Characterization of pectin extracted from banana peels (*Musa* AAA) under different conditions using an experimental design. *Food Chemistry*. 108:463-471.
- Hart, F. y H. Fisher. 1984. Análisis moderno de los alimentos. Traducido al español por Justino Burgos González. Editorial Acribia. Zaragoza, España.
- Herbstreith & Fox. 1997. Degree of esterification and gelling properties. [On-line]. Disponible en: <http://www.herbstreith-fox.de>. Fecha de recuperación: 10 de Febrero de 2005.
- Hwang J., T.H. Roshdy, M. Kontominas y J.L. Kókini. 1992. Comparison of dialysis and metal precipitation effects on apple pectin. *Journal of Food Science*. 57:1180-1184.
- Kurita O., T. Fujiwara y E. Yamazaki. 2008. Characterization of the pectin extracted from citrus peel in the presence of citric acid. *Carbohydrate Polymers*. 74:7288-730.
- Levigne S., M.C. Ralet y J. F. Thibault. 2002. Characterization of pectins extracted from fresh sugar beet under different conditions using an experimental design. *Carbohydrate Polymers*. 49:145-153.
- Liu, Y., J. Shi, T.A.G. Langrish. 2006. Water-based extraction of pectin from flavedo and albedo of orange peels. *Chemical Engineering Journal*. 120: 203-209.
- Madhav A. y P.B. Pushpalatha, P.B. 2002. Characterization of pectin extracted from different fruit wastes. *Journal of Tropical Agriculture*. 40: 53-55.
- McCready, R. y E. McComb. 1952. Extraction and determination of total pectic materials in fruits. *Analytical Chemistry*. 24(12): 1986-1988.
- McCready, R. y H. Owens. 1952. Methods used at the Western Regional Research Laboratory for extraction and analysis of pectin materials. *Anal. Chem*. 24 (2): 54-59.
- Perera, G., J. Hombach, J y A. Bernkop-Schnürch. 2010. Hydrophobic thiolation of pectin with 4-aminothiophenol: synthesis and in vitro chacterization. *AAPS Pharm. Sci. Tech*. 9(1): 174-180.

- Ptichkina N. M., O.A. Markina y G.N. Rumyantseva. 2008. Pectin extraction from pumpkin with the aid of microbial enzymes. *Food Hydrocolloids*. 22: 192-195.
- Rodríguez D. 2000 Ocurrencia de *Fusarium oxysporum* en plantaciones de cambur 'manzano' en el estado Trujillo, Venezuela. *Fitopatol. Venez.* 13: 22-24.
- Seggiani M., M. Puccini, S. Pierini, S. Giovando y C. Forneris. 2009. Effect of different extraction and precipitation methods on yield and quality of pectin. *International Journal of Food Science and Technology*. 44: 574-580.
- Sharma R. y M. Ahuja. 2011 Thiolated Pectin: Synthesis, characterization and evaluation as a mucoadhesive polymer. *Carbohydrate Polymer*. 85:658-663.
- Sriamornsak P. 1998. Investigation of pectin as a carrier for oral delivery of proteins using calcium pectinate gel beads. *International Journal of Pharmaceutics*. 169: 213-220.
- Sriamornsak, P., N. Thirawong, J. Nunthanid, S. Puttipitkhachorn, J. Thongborisute, y H. Akeuchi. 2008a. Atomic force microscopy imaging of novel self-assembling pectin-liposome nanocomplexes. *Carbohydrate Polymers*. 71: 324-329.
- Sriamornsak, P., N. Wattanakorn, J. Nunthanid, S. Puttipitkhachorn 2008b. Mucoadhesion of pectin as evidence by wettability and chain interpenetration. *Carbohydrate Polymers*. 74: 458-467.
- Vásquez, R., Ruesga, L., D'Addosio, R., Páez, G., y Marín, M. 2008. Extracción de pectina a partir de la cáscara de plátano (Musa AAB, subgrupo plátano) clon Hartón. *Rev. Fac. Agron. (LUZ)*. 25:318-333.
- Von Loesecke, H. 1949. Bananas: chemistry, physiology, technology. Interscience Publishers. New York, USA. 120 p.