UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA
1803

Preparación y caracterización de películas basadas en pectina extraída de cáscara de mango con potencial aplicación como empaques en la industria alimentaria

Trabajo de grado para optar al título de Química

Autor: Angie Lorena Rendón Pitalúa

Asesor: Yuliana Monsalve Carmona
Co-asesor: Ricardo Mesías

Grupo de Investigación Ciencia de los Materiales - CIENMATE
INSTITUTO DE QUÍMICA
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
UNIVERSIDAD DE ANTIOQUIA
Año 2025

TABLA DE CONTENIDO

1. RESUMEN **5**

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN **5**

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA **5**

3. MARCO TEÓRICO **6**

3.1. ASPECTOS FUNDAMENTALES DE LA PECTINA 6

3.1.1. Fuentes de la pectina 6

3.1.2. Estructura de la pectina 7

3.2. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE LA PECTINA 8

3.2.1. Extracción asistida por ultrasonido 8

3.2.2. Extracción asistida por microondas 9

3.2.3. Extracción con agua subcrítica 9

3.2.4. Extracción ácida 10

3.3. EMPAQUETAMIENTO DE ALIMENTOS BASADOS EN PECTINA 11

3.3.1. Aplicación de películas basadas en pectina en la industria alimentaria 11

3.4. PREPARACIÓN DE PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA 12

3.4.1. Fabricación por Casting 12

4. JUSTIFICACIÓN **12**

5. HIPÓTESIS **12**

6. OBJETIVOS **13**

6.1. OBJETIVO GENERAL 13

6.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS 13

7. METODOLOGÍA **13**

7.1 OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LA PECTINA POR MEDIO DE SUPERFICIE DE RESPUESTA 13

7.1.1. Caracterización de la pectina extraía 14

7.2. PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA 16

7.2.1. Caracterización de las películas basadas en pectina 16

8. RESULTADOS **18**

8.1 OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LA PECTINA A PARTIR DE CÁSCARAS DE MANGO USANDO ÁCIDO CÍTRICO: DISEÑO MEDIANTE SUPERFICIE DE RESPUESTA. 18

8.2 GRADO DE ESTERIFICACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE CÁSCARA DE MANGO 22

8.3 PESO MOLECULAR DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE CÁSCARA DE MANGO 23

8.4 IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES EN LA PECTINA EXTRAÍDA Y EN LAS PELÍCULAS FORMADAS A PARTIR DE ESTA. 24

10.5 CONTENIDO DE HUMEDAD Y ESTABILIDAD TÉRMICA DE LA PECTINA EXTRAÍDA Y DE LAS PELÍCULAS FORMADAS 25

8.6 PRUEBAS DE COLOR PARA LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA 28
8.7 ESPESOR DE LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA 29
8.8 PRUEBAS DE TRACCIÓN PARA PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA 30
8.9 MORFOLOGÍA DE LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA 31
9. CONCLUSIONES 32
10. PERSPECTIVAS 33
11. CONSIDERACIONES ÉTICAS 33
12. PROPIEDAD INTELECTUAL DE LA INFORMACIÓN Y SUS PRODUCTOS 33
13. REFERENCIAS 34

ÍNDICE DE FIGURAS.

Figura 1.Esquema de la estructura química de la pectina 8
Figura 2. Diagrama de Pareto de los coeficientes para las variables pH, temperatura y tiempo. 20
Figura 3. superficie de respuesta 3D, se visualizan las variables pH y temperatura con la variable respuesta de porcentaje de rendimiento. El tiempo es constante en su valor óptimo, 85 min. 21
Figura 4. Diagrama de contorno del porcentaje de rendimiento en función del pH y la temperatura. 21
Figura 5. Espectros de infrarrojo para la pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3), L3 indica el número de lote. 24
Figura 6. Análisis termogravimétrico realizado para el glicerol; la pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3) 26
Figura 7. Calorimetría diferencial de barrido, para: Pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3) 27
Figura 8. Fotografías películas basadas en pectina de los lotes 3 y 4. 28
Figura 9. Ejemplo de una medida de espesor para la muestra P3G20L3 29
Figura 10. Fotografía de la máquina de ensayos universal de tracción 31
Figura 11. Microscopía electrónica de barrido (SEM) para películas de pectina antes de la tracción P3G20L3 (a y c) y P3G30L3 (b y d). Después de someterlas a tracción P3G20L3 PT (e y g) y P3G30L3 PT (f e i) 32

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Porcentaje de rendimiento de extracción obtenidos a través del diseño de la superficie de respuesta. Variables de entrada: pH= [1, 2, 3]; temperatura (°C) = [60, 75, 90] y tiempo (min)= [30, 60, 90] 19
Tabla 2. Valores óptimos encontrados en el diseño de experimentos por medio de superficie de respuesta para la extracción de pectina a partir de cáscara de mango 22
Tabla 3. Grado de esterificación de la pectina extraída a diferentes condiciones de pH, temperatura y tiempo. 23
Tabla 4. Resultados de peso molecular promedio de la pectina extraída 25
Tabla 5. Contenido de humedad y estabilidad térmica para el glicerol, la pectina extraída en condiciones óptimas (PMO), películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3) 27
Tabla 6. Temperatura y flujo de calor obtenido por DSC para la Pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3) 28
Tabla 7. Pruebas de color para películas basadas en pectina 29
Tabla 8. Espesor promedio para películas basadas en pectina, muestras P3G20L3, P3G20L4, P3G30L3 y P3G30L4 30
Tabla 9. Valores de esfuerzo máximo, módulo elástico y porcentaje de deformación para las películas basadas en pectina, muestras P3G20L3 y P3G30L3 32

1. RESUMEN

El presente trabajo de grado se enfocó en el desarrollo de películas a partir de pectina extraída de cáscaras de mango mediante la metodología de casting, evaluando su aplicabilidad como recubrimiento en la industria alimentaria. Se optimizó el proceso de extracción ácida de la pectina, determinando que un pH de 1,9, una temperatura de 76 °C y un tiempo de 85 minutos son las variables que maximizan el rendimiento de extracción de la pectina obtenida. El análisis termogravimétrico indicó una temperatura de descomposición para la pectina cercana a los 220 °C. Para la formación de películas, se seleccionó el glicerol como plastificante, encontrando que la formulación con 20 % de glicerol mejoraba las propiedades mecánicas. En las pruebas de tracción, esta formulación mostró un mejor desempeño, mientras que, en el análisis de color, las películas presentaron un alto índice b*, asociado a un tono amarillo y una diferencia de color total elevada, lo que podría afectar su viabilidad comercial. La evaluación morfológica reveló una superficie homogénea y lisa, sin alteraciones evidentes, con presencia de minerales como hierro, calcio y potasio.

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN

Ciencia de los materiales, polímeros y química ambiental.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Cada año, se producen alrededor de 460 millones de toneladas de plástico, de las cuales se estima que 20 millones terminan como residuos en el medio ambiente. Además, se espera que esta cantidad aumente significativamente para el año 2040. Aproximadamente 8 millones de toneladas de desechos plásticos se liberan anualmente en los océanos, lo que contribuye a una gran proporción del total de residuos marinos (European Commission, 2018). Esta contaminación tiene consecuencias para la vida silvestre marina y terrestre, con cientos de especies en peligro debido a la ingestión y enredo en plásticos. La situación se ve agravada por el hecho de que gran parte del plástico producido es de un solo uso, lo cual fomenta una

cultura de desecho y lleva a que estos materiales perduren en el ambiente por cientos de años antes de degradarse; esto hace urgente el desarrollo de nuevos materiales seguros y biodegradables como reemplazo de los plásticos derivados de la industria petroquímica. Se hace entonces necesario encontrar alternativas que contribuyan a la solución de esta problemática y a una economía circular más sostenible; dándole valor agregado a residuos actualmente producidos por la humanidad. Solo en Colombia la producción de mango asciende a 300.000 toneladas anuales, de estas, entre el 15% y el 20% se convierten en desechos agroindustriales (Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, 2023), estos residuos principalmente de la cáscara y la semilla del mango tiene aún nutrientes y metabolitos secundarios importantes como la pectina. En este sentido, el objetivo de este trabajo aborda la optimización del proceso de extracción de la pectina y su posterior uso en la fabricación de películas biodegradables que puedan ser usadas como empaques en la industria alimentaria.

3. MARCO TEÓRICO

3.1. ASPECTOS FUNDAMENTALES DE LA PECTINA

3.1.1. Fuentes de la pectina

La pectina hace parte de un grupo complejo de heteropolisacáridos, que se encuentra en la pared celular de las plantas; puede ser extraída de múltiples fuentes naturales, la mayoría de estas fuentes son cáscaras de frutas y vegetales. Estas últimas, constituyen una fuente sostenible para la extracción de este biopolímero, ya que generalmente se descartan como desechos agroindustriales de la producción de jugos, sidras, aceites esenciales, entre otros (Lai et al., 2022). Las pectinas obtenidas de diferentes fuentes tienen distintas proporciones de polisacáridos de pectina, por lo tanto, las propiedades de la pectina extraída dependen del material original (Roy et al., 2023).

Ante la necesidad creciente de pectina por sus usos industriales como agente gelificante, estabilizador y potencial uso para formar películas, se han investigado nuevas fuentes naturales para extraer pectina, como cáscaras de kiwi, mango, banano, uva, etc (Lai et al., 2022).

3.1.2. Estructura de la pectina

La pectina es un tipo de polisacárido que presenta un sistema estructural complejo. Desde el punto de vista químico, se compone principalmente de ácido galacturónico (Gal-A) unido mediante enlaces glucosídicos α-1,4. Hasta la fecha, se han identificado y caracterizado detalladamente tres estructuras principales que forman parte de la conformación molecular de la pectina: el homogalacturonano (HGA), el ramnogalacturonano I (RG-I) y el ramnogalacturonano II (RG-II) (Figura. 1) (Roy et al., 2023). La estructura de la pectina, basada en las proporciones de HGA, RGI y RGII, tiene una relación directa con sus propiedades fisicoquímicas. Por ejemplo, se considera que las pectinas con una mayor proporción de estructuras lineales tienen una viscosidad más alta, lo cual es favorable para la formación de biopelículas. Los grupos carboxilo en la posición C-6 de la cadena lineal de Gal-A pueden estar esterificados, y el porcentaje de estos grupos esterificados con relación al total de grupos Gal-A se conoce como el grado de esterificación (DE). De acuerdo con el DE, la pectina puede caracterizarse como pectina de alto metoxilo (HMP) (DE>50%) y pectina de bajo metoxilo (LMP) (DE<50%), (Kumar & Tingirikari, 2023). Las propiedades fisicoquímicas de la pectina como su poder gelificante depende del DE. La gelificación de la LMP implica interacciones electrostáticas, que se estabiliza por enlaces de hidrógeno e interacciones de Van Der Waals entre los grupos metilados y los grupos carboxilos libres; mientras que para la HMP, un mayor número de grupos carboxílicos está esterificado, lo que lleva a la reducción de la repulsión electrostática y el incremento de interacciones hidrofóbicas entre moléculas pueden resultar en la agregación y gelificación de las cadenas de pectina. (Huang et al., 2021).

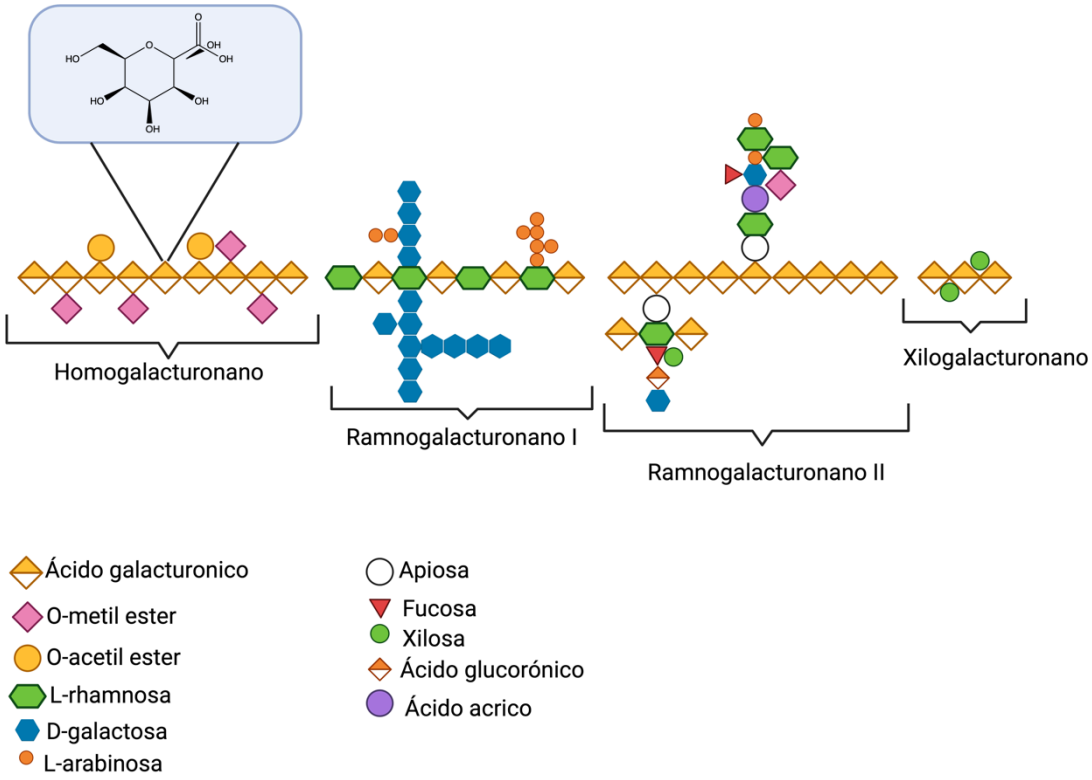


Figura 1.Esquema de la estructura química de la pectina

3.2. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE LA PECTINA

La extracción de un material como la pectina consiste en la transferencia de la pectina desde su pared celular hacia otra fuente como un solvente para su posterior uso. La calidad y el rendimiento determinan la eficiencia en el proceso. En las siguientes secciones se presentan algunos métodos para dicha extracción.

3.2.1. Extracción asistida por ultrasonido

Las vibraciones ultrasónicas, que oscilan entre 20 kHz y 100 kHz, generan fluctuaciones de presión en el solvente, creando microburbujas que actúan como pequeñas corrientes. Estas corrientes ayudan a romper las paredes celulares, facilitando así la penetración del solvente y

mejorando la transferencia de la pectina al solvente. Este método es más eficiente con respecto a las extracciones ácidas o básicas convencionales ya que utiliza menos solvente y energía, ofreciendo rendimientos más altos en menos tiempo, lo que lo convierte en una opción ecológica frente a los métodos tradicionales. La intensidad de las ondas ultrasónicas es crucial en este proceso. A mayor intensidad, mejor es la ruptura de las células vegetales y, por lo tanto, mayor la extracción de pectina. Sin embargo, demasiada corriente o flujo de las burbujas pueden reducir la efectividad de la extracción al disminuir la transmisión de energía al medio de reacció (Chen et al., 2022).

3.2.2. Extracción asistida por microondas

Los métodos de extracción con microondas producen calor cuando exponen un material dieléctrico a un campo de microondas. El agua, una molécula polar y simétrica, absorbe estas radiaciones de microondas y se calienta, a diferencia de las moléculas no polares y con carga asimétrica, que muestran una menor reacción al calor. Este calentamiento de la mezcla de muestra y solvente acuoso es fundamental en la extracción por microondas, ya que facilita la difusión de material como la pectina entre la muestra y el solvente. La tasa de calentamiento está directamente relacionada con la potencia del microondas, expresada en vatios (W), un factor determinante para la efectividad del proceso de extracción. Además, la cantidad de calor generada depende de las propiedades dieléctricas del solvente y la muestra, afectando directamente la velocidad y calidad de la extracción. Por lo tanto, es crucial seleccionar mezclas de muestra y solvente con propiedades dieléctricas adecuadas para optimizar la extracción. (Thakare et al., 2023) (Roy et al., 2023).

3.2.3. Extracción con agua subcrítica

El agua subcrítica es agua caliente que se mantiene líquida entre 100 °C y 374 °C mediante una presión elevada. Este método se ha popularizado para la extracción de pectina porque es más ecológico, económico y seguro que la extracción ácida tradicional (Chen et al., 2022).

A altas temperaturas, como por encima de 270 °C, el agua subcrítica debilita sus enlaces de hidrógeno y aumenta su capacidad iónica, permitiendo extraer efectivamente sustancias polares y no polares, incluida la pectina. Además, el equipo necesario para este proceso es más barato y consume menos energía que el utilizado en métodos de extracción con ultrasonidos o microondas. Sin embargo, se ha visto que algunos componentes de la pectina sensibles al calor pueden degradarse por las altas temperaturas de este método, lo que puede terminar siendo contraproducente en cierto tipo de aplicaciones (Ezzati et al., 2020).

3.2.4. Extracción ácida

Este método de extracción de pectina utiliza un entorno ácido (pH 1,5–3,0), temperaturas comprendidas en el rango 75–100 °C y tiempos inferiores a 3 horas. Factores como la relación sólido-líquido, el tiempo de extracción, el tamaño de las partículas, la temperatura y el pH influyen fundamentalmente en la calidad de la pectina obtenida(Reichembach et al., 2024) (Karim et al., 2022) Tradicionalmente, se usan ácidos inorgánicos fuertes, pero estos presentan problemas ambientales y elevan los costos, lo que ha llevado a la adopción de ácidos orgánicos más suaves como el cítrico y el acético, que son más seguros y sostenibles, ofreciendo rendimientos comparables y mejorando el perfil de seguridad alimentaria (Long et al., 2022). Ha sido reportado que el ácido cítrico, produce pectinas de mayor peso molecular, con propiedades superiores y con menos degradación en comparación con los ácidos inorgánicos (Long et al., 2022). La temperatura también es crucial, ya que temperaturas más altas facilitan la extracción al mejorar la solubilización y la ruptura de la pared celular, aunque un calor excesivo puede degradar la pectina, reduciendo su rendimiento. Por lo tanto, se recomienda mantener la temperatura entre 80–90 °C para maximizar la eficacia de la extracción (Jamsazzadeh Kermani et al., 2015) (Firdaus et al., 2024).

3.3. EMPAQUES DE ALIMENTOS BASADOS EN PECTINA

Ante la urgencia que presenta la humanidad de reemplazar los plásticos derivados de la industria petroquímica que resultan ser no biodegradables produciendo así una gran cantidad

de desechos que terminan en vertederos y finalmente en el océano (European Commission, 2018); nace la necesidad de fomentar la obtención de biopolímeros con potencial uso en las diferentes industrias como la alimenticia.

3.3.1. Aplicación de películas basadas en pectina en la industria alimentaria

La pectina es un biopolímero ampliamente utilizado en la industria alimentaria, actúa como agente gelificante, emulsionante y espesante. Este compuesto no solo se aplica directamente en los alimentos, sino que también se utiliza en recubrimientos comestibles en forma de películas que envuelven los alimentos, los grupos funcionales como carboxilo, hidroxilo y metoxilo, especialmente en el ácido galacturónico, contribuyen a su efectividad antioxidante, que también se ve influenciada por el peso molecular de la pectina. (Chen et al., 2024).

Las películas y recubrimientos a base de pectina, que son sostenibles y biodegradables, están siendo ampliamente investigados como opciones prometedoras para el embalaje de alimentos, debido a su potencial agroecológico, ya que parte de desechos agroindustriales para su extracción y posterior fabricación.

Las películas basadas en pectina, utilizadas para el empaquetado de alimentos, están en contacto directo con estos, lo que requiere un estricto control de contaminación microbiana durante su fabricación. Los materiales utilizados en la formación de la película deben ser seguros, no tóxicos y no deben alterar las características del producto empaquetado. Factores como la estructura de los biopolímeros, la compatibilidad de los componentes de la película y las condiciones de preparación influyen en el proceso de formación de la película. Además, durante este proceso, comúnmente se añaden plastificantes para ajustar la estructura tridimensional, mejorar la movilidad de las cadenas moleculares, lo que ayuda a formar una estructura continua en la película activa de pectina (Huang et al., 2021)

3.4. PREPARACIÓN DE PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA

3.4.1. Fabricación por Casting

La fabricación de películas por el método de casting es el más usado para este tipo de materiales a escala de laboratorio y consiste principalmente en tres procesos: disolución de la pectina, casting y secado. Para el primer paso, la pectina, el agente plastificante y los demás componentes se disuelven en un solvente conveniente para preparar la solución formadora de la película; el efecto de la disolución es primordial ya que la formación de la película está determinada principalmente por la solubilidad de sus componentes. Después de preparar la solución formadora de película, se procede a vaciarla en un molde ya establecido. Es crucial evitar la formación de burbujas de aire para asegurar una superficie homogénea en la película final. El proceso concluye con el secado, una etapa clave para favorecer las interacciones entre las cadenas de polímeros y para la evaporación completa del solvente. Las temperaturas empleadas para el secado pueden oscilar entre la temperatura ambiente (25 °C) y los 70 °C, lo que implica tiempos de secado que varían desde 10 horas hasta 2 días (Huang et al., 2021).

4. JUSTIFICACIÓN

El presente trabajo sobre la utilización de pectina extraída de la cáscara de mango para formar películas destinadas al empaquetado de alimentos, nace gracias a la necesidad de encontrar alternativas sostenibles y seguras a los materiales plásticos convencionales. El uso de biopolímeros como la pectina no solo contribuiría a reducir la dependencia de recursos no renovables, sino que también abordaría los problemas ambientales asociados con la acumulación de residuos plásticos. Además, dado que la cáscara de mango es un subproducto agroindustrial y suele desecharse, su aprovechamiento para la extracción de pectina podría generar valor agregado y promover prácticas más sostenibles dentro de la cadena de suministro alimentario.

5. HIPÓTESIS

El control de variables como la temperatura, el tiempo y el pH durante el proceso de extracción de pectina a partir de residuos agroindustriales de cáscara de mango, permite obtener pectina con propiedades fisicoquímicas óptimas, lo que facilita la formación de películas mediante el método de casting, con un potencial significativo para su aplicación como empaques en la industria alimentaria.

6. OBJETIVOS

6.1. OBJETIVO GENERAL

Desarrollar películas basadas en pectina extraída a partir de la cáscara de mango con potencial aplicación como empaques biodegradables en la industria alimentaria.

6.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar el efecto de las variables pH, temperatura y tiempo en el proceso de extracción de la pectina a partir de la cáscara de mango.
- Establecer las condiciones experimentales que permitan la formación de películas a partir de pectina por el método de casting
- Evaluar la influencia de las condiciones de preparación de las películas de pectina sobre sus propiedades fisicoquímicas y mecánicas.

7. METODOLOGÍA

7.1 OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LA PECTINA POR MEDIO DE SUPERFICIE DE RESPUESTA

El proceso de obtención de la pectina se llevó a cabo a través del método de extracción ácida, siguiendo la metodología descrita por (Lai et al., 2022), con algunas modificaciones. Se optimizaron variables como pH, temperatura y tiempo de extracción, siguiendo un análisis por superficie de respuesta. Las cáscaras de mango tipo Tommy utilizadas como materia para la extracción de la pectina fueron recolectadas en un comercio de frutas ubicado en la Universidad de Antioquia, formando parte de sus desechos orgánicos. Estas cáscaras se llevaron a un horno de convección a 40ºC y luego se procesaron hasta obtener un polvo, que finalmente fue tamizado. En un beaker, se adicionaron 2,500 g de cáscara de mango previamente secada y pulverizada, junto con 50,0 mL de ácido cítrico, para esta metodología el ácido se preparó a pH 1, 2 y 3. La mezcla se agitó durante 30, 60, ó 90 minutos a una temperatura de 60, 75 ó 90 ºC y luego se dejó enfriar. Posteriormente, se llevó a centrifugación por 10 minutos a 10000 rpm y 25°C. El sobrenadante se precipitó con etanol al 95% en una proporción [1:2] solución de muestra:etanol y se mantuvo en refrigeración durante 24 horas. Transcurrido este tiempo, la pectina obtenida se recuperó por decantación y se le realizaron lavados sucesivos con etanol al 70% hasta alcanzar un pH cercano a 5. En cada lavado la pectina era agitada durante 15 minutos con el etanol y posteriormente centrifugada 10 minutos a 10000 rpm y 25°C. Finalmente, la pectina obtenida fue liofilizada durante 24 horas a -85°C y 0,16 mbar, para obtener el producto sólido.

7.1.1. Caracterización de la pectina extraía

- **Grado de esterificación**

El grado de esterificación (DE) se halló de la siguiente manera: Se solubilizó 50,0 mg de pectina extraída en 10 ml de agua destilada hasta disolución completa, a la anterior solución se le añadió 2 gotas de fenolftaleína y se tituló con NaOH 0,1 M registrando el volumen de NaOH gastado cuando la solución cambió de color. Posteriormente, se añadieron 10 mL de NaOH 0,5 M y se dejó en agitación durante 30 minutos, esto con el fin de saponificar todos los grupos carboxilos presentes en la pectina solubilizada. Transcurridos los 30 minutos se adicionaron 10 mL de HCl 0,5 M y finalmente se volvió a titular con NaOH 0,1 M hasta que la solución cambió de color. El grado de metoxilación fue calculado usando la ecuación (1).

Ecuación 1

$$Grado\ de\ metoxilación = \frac{V_2}{V_1 + V_2} * 100\%$$

V_1 = Volumen titulación # 1
V_2 = Volumen titulación # 2

- **Peso molecular**

La determinación del peso molecular se realizó por Cromatografía de Permeación en Gel (GFC), usando un Cromatógrafo UltiMate 3000 HPLC/UHPLC (ThermoFísher, Alemania), equipado con una columna TSKgelTM G5000PWXL (300 x 7.8 mm, 10 µm), la cual tiene un rango de peso molecular 4 - 1000 kDa.

El modo isocrático empleó una fase móvil que consistió en un Buffer de Fosfato 0.1M + 0.02 M NaN_3 en agua ultrapura. Se pesaron 13,1 g de fosfato monobásico de potasio (KH_2PO_4), 17,4 g de fosfato dibásico de potasio (K_2HPO_4), y 1,3 g de azida de sodio (NaN_3). Luego, se llevaron a un Beaker de un 1 L, se disolvieron con aproximadamente 800 mL de agua ultrapura. Después, se midió el pH y se ajustó hasta obtener un pH igual a 6,5, empleando una solución 10 M de hidróxido de potasio (KOH). Finalmente, se transvasó a un balón volumétrico de un 1 Ldiluyendo con agua hasta el aforo. El análisis empleó un flujo de 0,5 mL/min de la fase móvil mencionada anteriormente, con una temperatura en el horno de 40 °C. El volumen de inyección es de 25 µL y 50 µL. La curva de calibración empleada fue con estándares de Pululano con un rango de pesos moleculares [5 - 800] kDa

Grupos funcionales característicos de la pectina

Los grupos funcionales característicos de la pectina extraída de cáscaras de mango fueron analizados mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), utilizando un espectrómetro Perkin-Elmer Spectrum Two. Para la medición, se empleó un accesorio de reflexión total atenuada (ATR) con cristal de diamante Smart Orbit. Los espectros se realizaron en un rango de longitud de onda de 400 a 4000 cm^{-1}, con un total de 16 barridos por segundo.

- **Temperatura de descomposición y porcentaje de humedad**

La temperatura de descomposición y porcentaje de humedad de la pectina extraída se determinaron por Análisis Termogravimétrico (TGA), usando un analizador térmico TA

Instrument Q500. Se realizó un calentamiento desde temperatura ambiente hasta 600 ºC a una velocidad de 10ºC/min, en atmósfera de nitrógeno.

- **Transiciones térmicas**

Las tradiciones térmicas se determinaron por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), usando un calorímetro TA Instrument Q100. Se realizó un calentamiento desde -50ºC hasta 200ºC a una velocidad de 10ºC/min, en atmósfera de nitrógeno a un flujo de 40mL/min.

7.2. PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA

La preparación de las películas basadas en pectina se realizó siguiendo el método de casting reportado por (Karim et al., 2022), con algunas modificaciones. Este consistió principalmente en tres procesos: disolución de la pectina, casting y secado. Para el primer paso se disolvió pectina al 3% (%m/v) en agua a 70ºC, luego se agregó glicerol al 20% y 30% en peso con respecto a la pectina, manteniendo la solución de pectina en calentamiento.. Posteriormente, la solución formadora de película se sometió a sonda de ultrasonido con pulsos de 10 segundos cada dos segundos, durante 2 minutos y una amplitud del 90%. Finalmente, la solución formadora de película, se vació en un molde de acrílico rectangular.. Es crucial evitar la formación de burbujas de aire para asegurar una superficie lisa en la película final. El proceso concluye con el secado, una etapa clave para favorecer las interacciones entre las cadenas de polímeros y para la evaporación completa del solvente. La temperatura empleada para el secado fue de 40ºC por 24 horas.

7.2.1. Caracterización de las películas basadas en pectina

- **Temperatura de descomposición y porcentaje de humedad:**

La temperatura de descomposición se determinó por análisis termogravimétrico (TGA), usando un equipo marca TA Instrument Q500, para lo cual se realizó un calentamiento desde temperatura ambiente hasta 600 ºC a una velocidad de 10ºC/min, en atmósfera de nitrógeno.

- **Transiciones térmicas:**

Las transiciones térmicas se determinaron por calorimetría diferencial de barrido (DSC), usando un calorímetro TA Instrument Q100. Se realizó un calentamiento desde -50ºC hasta 200ºC a una velocidad de 10ºC/min en atmósfera de nitrógeno a un flujo de 40mL/min.

- **Análisis de color:**

Para el análisis de color se realizaron 15 mediciones por película; 5 en fondo blanco; 5 en fondo negro y 5 sin fondo. El equipo empleado fue un colorímetro portátil Color Reader CR-20 (Konica Minolta, Japón). Este equipo permite la medición precisa de los parámetros de color basados en el sistema CIE Lab*, determinando los valores de luminosidad (L), componente rojo (a), componente amarillo (b), así como la diferencia total de color (ΔE) REF, determinada por medio de la siguiente ecuación (2):

Ecuación 2

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

- **Espesor:**

En el análisis de espesor de las películas basadas en pectinas se utilizó un microscopio metalográfico de placa invertida, marca UNITRON. Se realizaron cinco mediciones por formulación en dos lotes, específicamente en los lotes 3 y 4, los cuales contenían un 3% de pectina y concentraciones de glicerol del 20% y 30% en peso, respectivamente, obteniendo un total de cuatro películas.

- **Propiedades mecánicas:**

Fueron evaluadas mediante ensayos de tracción, utilizando una máquina de ensayos universales. Las pruebas se llevaron a cabo de acuerdo con la norma ASTM D882, la cual establece los procedimientos para la determinación de las propiedades de tensión en películas plásticas y materiales delgados. Los ensayos para determinar las propiedades mecánicas del módulo tensil, se realizaron en una máquina universal marca Shimadzu a una velocidad de 2 mm/min.

- **Morfología:**

Los estudios de morfología se llevaron a cabo usando un microscopio Electrónico de Barrido (SEM) JEOL-JSM 6490LV.

8. RESULTADOS

8.1 OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LA PECTINA A PARTIR DE CÁSCARAS DE MANGO USANDO ÁCIDO CÍTRICO: DISEÑO MEDIANTE SUPERFICIE DE RESPUESTA.

Para la optimización del proceso de extracción de pectina, se empleó la metodología de superficie de respuesta con el objetivo de identificar las condiciones óptimas que maximizan el porcentaje de extracción. Las variables de entrada seleccionadas fueron el pH, la temperatura y el tiempo de extracción. En total, se realizaron 15 experimentos cuyos resultados se presentan en la Tabla 1.

Se utilizó ácido cítrico como agente de extracción en lugar de un ácido inorgánico debido a consideraciones ambientales. El uso de ácidos inorgánicos con compuestos clorados puede generar residuos cuya disposición final es más compleja y contaminante, representando un desafío para su tratamiento ambiental. En contraste, el ácido cítrico es biodegradable y su manejo resulta más seguro y sostenible.

Tabla 1 Porcentaje de rendimiento de extracción obtenidos a través del diseño de la superficie de respuesta. Variables de entrada: pH= [1, 2, 3]; temperatura (°C) = [60, 75, 90] y tiempo (min)= [30, 60, 90]

pH	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Rendimiento (%)
1	90	60	44,07
3	60	60	33,40
3	75	30	48,65
2	75	60	83,92
2	60	30	44,81
3	75	90	51,73

2	75	60	83,74
2	90	30	51,57
1	75	90	77,62
1	75	30	58,43
3	90	60	76,51
2	60	90	77,59
1	60	60	47,38
2	75	60	85,22
2	90	90	77,40

Teniendo en cuenta que el 19,6% es el contenido de pectina que se espera encontrar en la cáscara de mango y puede cambiar dependiendo de la especie con la que se esté trabajando (Pacheco-Jiménez et al., 2022).

El porcentaje de rendimiento se calculó mediante el siguiente modelo:

Ecuación 3

$$\%Rendimiento = \frac{pectina\ obtenida\ (g)}{(masa\ de\ cáscara\ de\ mango\ pesada\ (g)\ * 19{,}6\%)} * 100\%$$

La superficie de respuesta arrojó una ecuación cuadrática que relaciona las variables de entrada con el porcentaje de rendimiento que se muestra en la ecuación 4. El diagrama de Pareto de los coeficientes se usó con el objetivo de mostrar la importancia de los efectos de las variables de entrada y sus interacciones con el porcentaje de rendimiento, es decir, se evaluó cuáles variables tuvieron un impacto más significativo con respecto a la optimización.
Como se observa en la Figura 2, el efecto más importante lo tiene el pH, tanto su componente lineal como la componente cuadrática que se puede evidenciar igualmente en la ecuación 4;

seguida de la temperatura y con menor peso estadístico o significancia para el método está el tiempo.

Ecuación 4

$$\%\text{Rendimiento} = -356.513 + 23.255 \cdot pH + 9.144 \cdot \text{Temperatura} + 1.741 \cdot \text{Tiempo}$$
$$-18.844 \cdot pH^2 - 0.067 \cdot \text{Temperatura}^2 - 0.007 \cdot \text{Tiempo}^2$$
$$+0.774 \cdot (pH \times \text{Temperatura}) - 0.134 \cdot (pH \times \text{Tiempo}) - 0.004 \cdot (\text{Temperatura} \times \text{Tiempo})$$

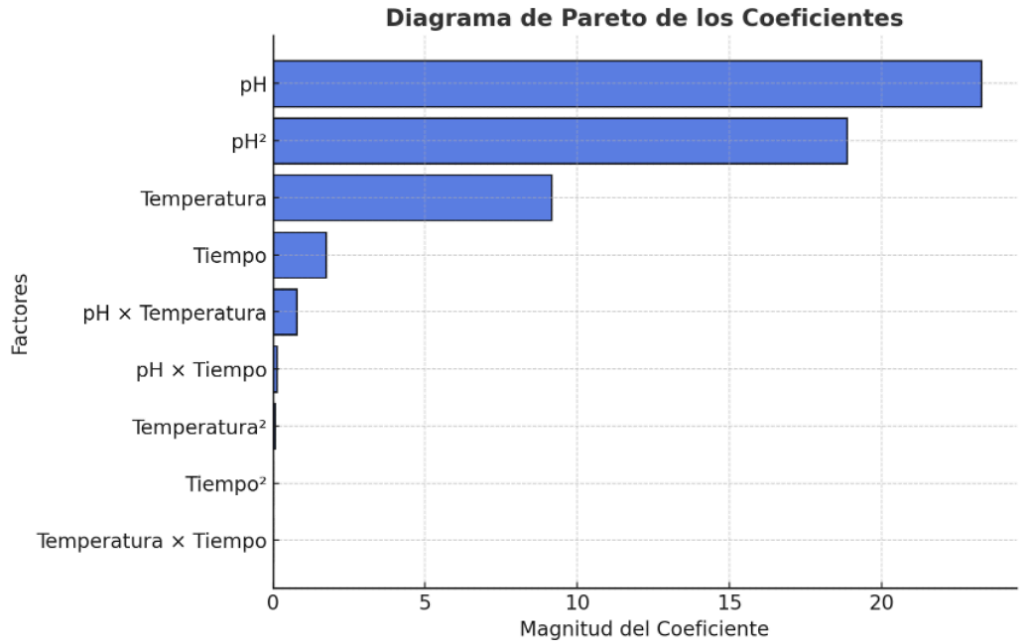


Figura 2. Diagrama de Pareto de los coeficientes para las variables pH, temperatura y tiempo.

En las figuras 3 y 4 correspondiente a la superficie de respuesta y diagrama de contorno respectivamente se muestran mapas de colores que indican los valores de la respuesta, con colores cálidos (rojos) representando valores más altos y colores fríos (azules) los valores más bajos. En la malla sobre la superficie (Figura 3.) Se observó mejor la curvatura y la interacción de los factores de pH y temperatura. Por otro lado, en el diagrama de contorno se representó en los ejes X e Y las variables independientes del pH y temperatura respectivamente, y cada color representa un rango de valores relacionado con el porcentaje de rendimiento. lo que permitió visualizar e identificar las zonas de mínimos (zonas azules) y las zonas óptimas o de máximo rendimiento (zonas rojas). En la tabla 2 se presentan los

resultados de los valores óptimos arrojados por la superficie para cada variable de entrada, siendo el pH= 1,9; temperatura 76,5 °C y tiempo de 85 min. Estos son los valores dónde la superficie se maximiza como rendimiento teórico esperado, calculado por medio de la ecuación dada en el diseño, un valor de 88,85%. Bajo las condiciones óptimas se realizó la extracción de la pectina y se obtuvo un rendimiento experimental de 87,34%, con un porcentaje de error de 1,7%.

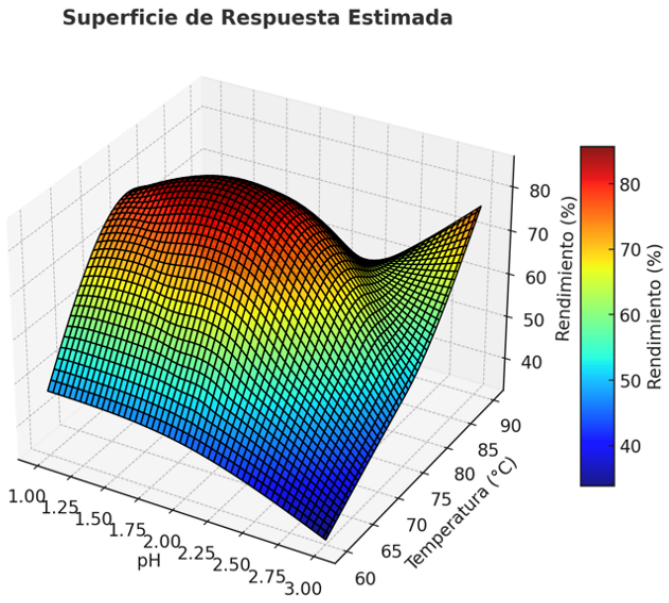


Figura 3. superficie de respuesta 3D, se visualizan las variables pH y temperatura con la variable respuesta de porcentaje de rendimiento. El tiempo es constante en su valor óptimo, 85 min.

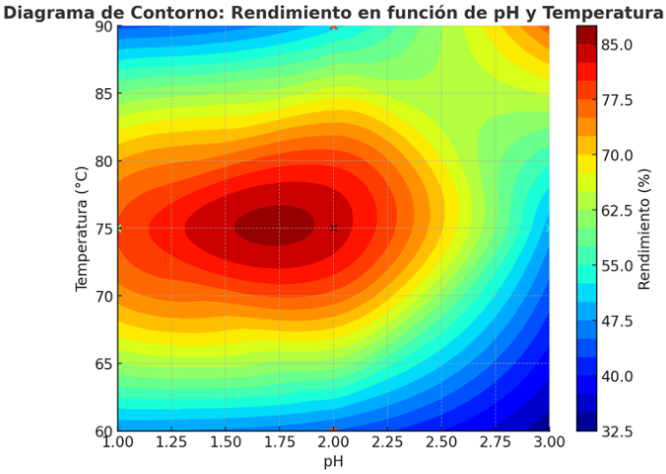


Figura 4. Diagrama de contorno del porcentaje de rendimiento en función del pH y la temperatura.

Tabla 2. Valores óptimos encontrados en el diseño de experimentos por medio de superficie de respuesta para la extracción de pectina a partir de cáscara de mango

Factor	valor óptimo
pH	1,9
Temperatura (°C)	76,5
Tiempo (min)	85

8.2 GRADO DE ESTERIFICACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE CÁSCARA DE MANGO

Como se expuso anteriormente la pectina puede caracterizarse por su grado de esterificación (DE), siento pectina de alto grado de metoxilación o esterificación si esta tiene DE>50% [3]. Se midió el DE en las 15 extracciones de pectina y se encontró que la pectina extraída de cáscara de mango presenta un alto DE, lo que influye directamente en sus propiedades fisicoquímicas y estructurales. Esto lleva a una mayor rigidez en la estructura del polímero, atribuida a la presencia de grupos hidroxilo esterificados, los cuales favorecen interacciones intermoleculares y reducen la flexibilidad de la cadena polimérica; asimismo el alto grado de esterificación le confiere a la pectina mayor hidrofobicidad, esta característica estructural podría indicar un uso en aplicaciones donde se requiera menos afinidad con el agua. (Chen et al., 2024) (Kumar & Tingirikari, 2023).

Es importante mencionar que los resultados de caracterización que se presentan de aquí en adelante corresponden a caracterizaciones realizadas a la pectina extraída bajo las condiciones óptimas encontradas en la superficie de respuesta, llamaremos esta pectina como PMO (Pectina de mango óptima).

Tabla 3. Grado de esterificación de la pectina extraída a diferentes condiciones de pH, temperatura y tiempo.

Número de experimento	pH	Temperatura (ºC)	Tiempo (min)	Grado de esterificación (%)
1	1	90	60	90,40

2	3	60	60	94,70
3	3	75	30	97,71
4	2	75	60	93,37
5	2	60	30	94,42
6	3	75	90	99,49
7	2	75	60	94,50
8	2	90	30	95,47
9	1	75	90	93,37
10	1	75	30	89,79
11	3	90	60	97,62
12	2	60	90	95,54
13	1	60	60	89,23
14	2	75	60	95,04
15	2	90	90	92,73

8.3 PESO MOLECULAR DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE CÁSCARA DE MANGO

En la tabla 4 se muestran los resultados de peso molecular promedio de la pectina extraída, donde se observa que se obtuvieron dos poblaciones.

El índice de polidispersidad mostró valores de 2,16 en la población 1 y 1,42 en la población 2, lo que sugiere que la primera tiene una mayor dispersión en el tamaño de sus cadenas poliméricas, mientras que la segunda presenta una distribución más homogénea. Dado que la pectina está compuesta por una cadena principal de ácido galacturónico con múltiples ramificaciones de monosacáridos, su masa molar y polidispersidad dependen tanto de la fuente natural como del método de extracción utilizado. La variabilidad observada en los valores obtenidos es consistente con la literatura, donde se ha reportado que las pectinas

pueden mostrar una diferencia de hasta un factor de 10 en su masa molar, dependiendo de su origen y método de extracción (Jamsazzadeh Kermani et al., 2015).

Tabla 4. Resultados de peso molecular promedio de la pectina extraída

Población	**Tamaño ± Desviación**	**Índice de Polidispersidad (PD)**
Población 1	766646 ± 5435	2,16
Población 2	32963 ± 121	1,42

8.4 IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES EN LA PECTINA EXTRAÍDA Y EN LAS PELÍCULAS FORMADAS A PARTIR DE ESTA.

En Los espectros IR se observó y los principales grupos funcionales con el fin de caracterizar e identificar tanto la muestra de pectina extraída con las variables óptimas, como las películas basadas en la misma. Se observa en la Figura 5 bandas características debido a la vibración de estiramiento de los grupos hidroxilo (OH) en 3300 cm^{-1} también el estiramiento del carbonilo (C=O) debido al grupo éster en 1740 cm^{-1} y vibración de estiramiento (C-O) a 1025 cm^{-1} de los alcoholes secundarios presentes en la estructura (Liang et al., 2022). Cabe resaltar que algunas de estas señales se incrementaron en las películas basadas en pectina por el uso del glicerol como agente plastificante, el cual es un poliol, que a su vez presenta grupos hidroxilo y C-O. Se realizó además una comparación con la base de datos del equipo de FT-IR y se encontró que la muestra coincidiría en un 96% con pectina extraída de cáscara de manzana, lo cual permitió establecer que efectivamente la muestra extraída se trataba de pectina.

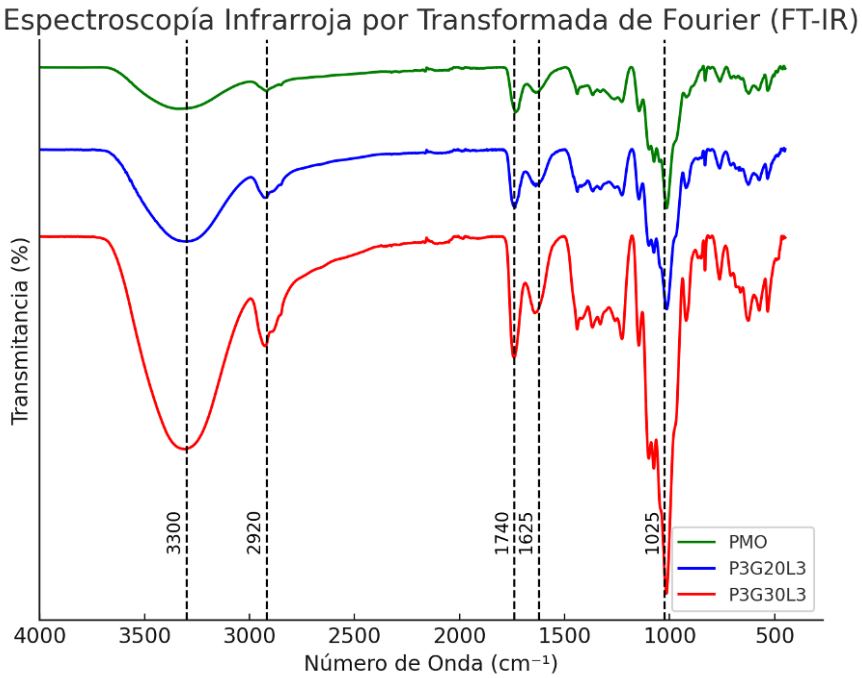


Figura 5. Espectros de infrarrojo para la pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3), L3 indica el número de lote.

10.5 CONTENIDO DE HUMEDAD Y ESTABILIDAD TÉRMICA DE LA PECTINA EXTRAÍDA Y DE LAS PELÍCULAS FORMADAS

En la Figura 6 se presentan los termogramas con su respectiva derivada, para la pectina extraída bajos las condiciones óptimas (PMO), para el glicerol, películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3) Se observan tres eventos; el primero asociado a la evaporación del agua adsorbida, el cual ocurre a una temperatura menor de 100°C, el segundo corresponde a la descomposición pirolítica del polisacárido, donde las cadenas de ácido galacturónico sufren una degradación térmica principal alrededor de 226 - 233 °C (Biratu et al., 2024). Para el glicerol la descomposición ocurre a una temperatura de 216,52°C. Para las películas se evidencia una tercera pérdida de masa, observada en ambas composiciones, la cual está relacionada con la descomposición térmica del composite formada entre la pectina y el glicerol. Este evento está evidenciando una mayor estabilidad térmica en las películas, conferida por el glicerol como agente plastificante. Este efecto se debe a la formación de enlaces de hidrógeno entre los grupos

hidroxilo (OH) del glicerol y ciertas regiones de la pectina, lo que provoca un desplazamiento en la temperatura de descomposición del polímero.

Dado que se trata de una pectina altamente esterificada, sus grupos éster presentan menor reactividad en comparación con los grupos carboxílicos libres, lo que condiciona el tipo de interacción predominante. En este caso, el glicerol se sitúa entre las cadenas de pectina principalmente a través de interacciones dipolo-dipolo, suavizando la estructura (Biratu et al., 2024); no obstante, los grupos carboxílicos residuales aún pueden formar enlaces adicionales con el glicerol, contribuyendo a este desplazamiento en la temperatura de descomposición de la pectina.

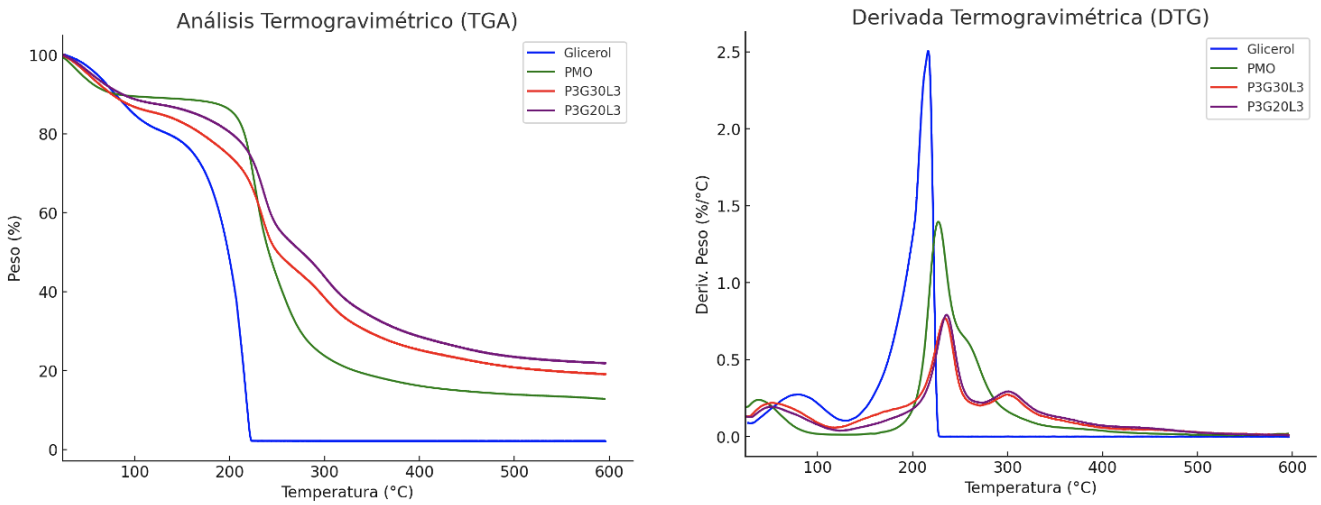


Figura 6. Análisis termogravimétrico realizado para el glicerol; la pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3)

Tabla 5. Contenido de humedad y estabilidad térmica para el glicerol, la pectina extraída en condiciones óptimas (PMO), películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3)

Muestra	Temperatura de descomposición(°C)	pérdida de Peso (%)	Temperatura de descomposición del composite (°C)	pérdida de peso (%)	Humedad (%)
Glicerol	216,52	78,41	No aplica	No aplica	19,50
PMO	227,07	76,31	No aplica	No aplica	13,60
P3G20L3	235,74	36,61	301,40	28,89	12,58

P3G30L3	233,70	40,21	300,31	26,20	14,47

En la figura 7 se presentan los DSC obtenidos para la pectina extraída en condiciones óptimas y para las películas preparadas con 20% y 30 % de glicerol. En estos se observa un pico endotérmico asociado al aumento en la incorporación de glicerol, pasando de 87,95 °C en la muestra PMO a 95,34 °C en P3G20L3 y 98,19 °C en P3G30L3. Esto indica que la presencia del glicerol modifica la estabilidad térmica del sistema, retrasando la transición térmica; también se observa que el flujo de calor disminuye con la adición del glicerol, esto sugiere que el glicerol actúa como un agente plastificante, reduciendo la energía requerida para la transición térmica (Biratu et al., 2024).

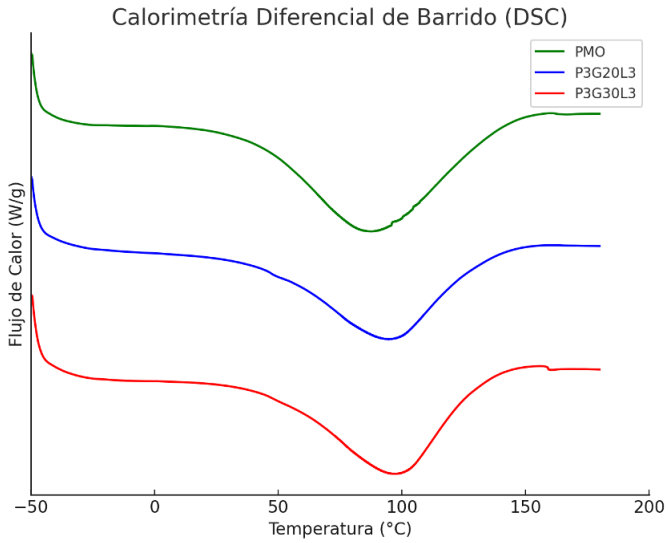


Figura 7. Calorimetría diferencial de barrido, para: Pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3)

Tabla 6. Temperatura y flujo de calor obtenido por DSC para la Pectina optimizada (PMO); películas con 3% de pectina y 20% en peso de glicerol (P3G20L3); 30% en peso de glicerol (P3G30L3)

Muestra	Temperatura (°C)	Flujo de calor (J/g)
PMO	87,95	351,5

P3G20L3	95,34	259,7
P3G30L3	98,19	272,6

8.6 PRUEBAS DE COLOR PARA LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA

En la tabla 7 se presentan los resultados para las mediciones de color con sus respectivos parámetros: luminosidad (L*), componente rojo (a*), componente amarillo (b*) y el ΔE* se refiere a la diferencia total de color. Como se puede observar en los resultados numéricos y en las fotos presentadas en la figura x, las películas tienden a ser principalmente amarillas siendo el componente del color b* el predominante con un subtono rojizo debido a los resultados de a*. Con respecto a la diferencia de color total ΔE* y de acuerdo con lo reportado en la literatura para este tipo de películas basadas en pectina se evidencio que ΔE* tiene valores altos (Biratu et al., 2024), esto quiere decir que las películas no son translúcidas y tienen un aspecto opaco a simple vista. Además de esto, la adición del glicerol contribuye a la formación de películas más opacas y oscuras (Spinei et al., 2024).

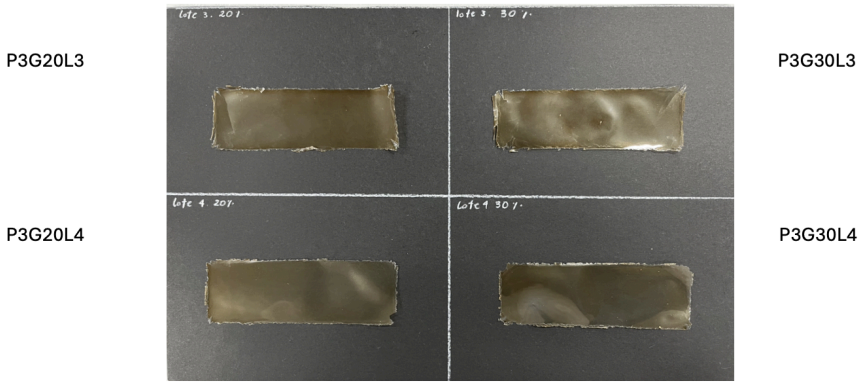


Figura 8. Fotografías películas basadas en pectina de los lotes 3 y 4.

Tabla 7. Pruebas de color para películas basadas en pectina

Muestra	L*	a*	b*	ΔE*
P3G20L3	21,92	1,35	8,44	23,53
P3G30L3	21,18	1,48	8,55	22,89

8.7 ESPESOR DE LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA

El espesor de cada película se determinó como un valor promedio de 5 mediciones realizadas en diferentes puntos de la película (Figura 9) y los resultados son mostrados en la tabla 7. Los valores encontrados se relacionaron directamente con la formulación y la forma en la que se prepararon las películas. La película P3G30L3 que tiene 3% de pectina y 30% en peso de glicerol tuvo mayor espesor, esto pudo estar relacionado con la capacidad del glicerol de entrecruzarse en las cadenas de la pectina y así separarlas, dándoles mayor movilidad y en ese orden de ideas más espacio a las cadenas poliméricas. Por otro lado, el valor más bajo fue de la muestra P3G20L3 que contiene 3% de pectina y 20% de glicerol, lo que sugiere más interacciones entre las cadenas de pectina y rigidez en ellas, acortando así el espacio entre ellas. Sin embargo, en el caso del lote 4, los espesores obtenidos fueron similares entre sí, lo que sugiere que los resultados no son completamente reproducibles entre lotes.

Esta falta de reproducibilidad se atribuye a la naturaleza del material de partida, ya que la pectina utilizada proviene de biomasa, una fuente natural cuya composición puede variar significativamente entre muestras.

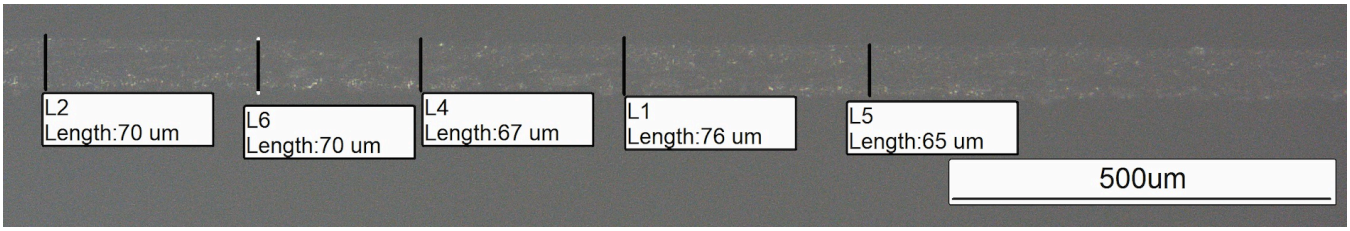


Figura 9. Ejemplo de una medida de espesor para la muestra P3G20L3

Tabla 8. Espesor promedio para películas basadas en pectina, muestras P3G20L3, P3G20L4, P3G30L3 y P3G30L4

Muestra	Espesor Promedio (um)
P3G20L3	69,0 ± 1,41
P3G20L4	75,4 ± 2,51
P3G30L3	93,6 ± 3,51
P3G30L4	75,4 ± 2,51

8.8 PRUEBAS DE TRACCIÓN PARA PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA

Los ensayos de tracción realizados en las películas basadas en pectina muestran diferencias en términos de esfuerzo máximo que es la máxima tensión que se les hicieron a las películas antes de que estas se fracturaron, así como el módulo elástico también conocido como módulo de Young para medir la resistencia a la deformación elástica de las películas y finalmente la deformación para las muestras P3G20L3 y P3G30L3.

En particular, la muestra P3G20L3 presentó un esfuerzo máximo de 4241,78 MPa, un módulo elástico de 109,83 GPa y una deformación del 28,6%, mientras que la muestra P3G30L3 mostró valores menores en esfuerzo máximo (3001,05 MPa) y módulo elástico (21,6 GPa), pero una mayor deformación (34,6%). A medida que la concentración de glicerol aumenta, la resistencia a la tracción disminuye, mientras que la elongación al rompimiento o porcentaje de deformación aumenta esto porque el glicerol juega un rol importante en la elasticidad y flexibilidad de las películas. Los resultados obtenidos en los ensayos de tracción indican que las películas formuladas presentan una mayor resistencia mecánica en comparación con algunas películas reportadas en la literatura (Biratu et al., 2024) (Spinei et al., 2024).



Figura 10. Fotografía de la máquina de ensayos universal de tracción

Tabla 9. Valores de esfuerzo máximo, módulo elástico y porcentaje de deformación para las películas basadas en pectina, muestras P3G20L3 y P3G30L3

Muestra	Esfuerzo máximo (Mpa)	Módulo elástico (GPa)	Deformación (%)
P3G20L3	4241,78	109,83	28,60
P3G30L3	3001,05	21,60	34,60

8.9 MORFOLOGÍA DE LAS PELÍCULAS BASADAS EN PECTINA

Las imágenes obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), se presentan en la figura 11, donde se observa una superficie homogénea, lisa y sin alteraciones morfológicas evidentes, lo que sugiere una adecuada integración de los componentes en la matriz de la película. Sin embargo, se observa la presencia de microburbujas, las cuales podrían estar relacionadas con el proceso de secado.

El análisis por Espectroscopía de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS) permitió identificar la composición química de agregados presentes en la superficie. En el mapeo de diferentes puntos, se confirmó la presencia de pectina agregada, así como la de ciertos metales, destacándose el hierro (Fe), cuya señal se asocia a las áreas más brillantes de la imagen. Además, se identificaron sales de calcio y potasio con formas definidas, las cuales provienen de la cáscara de mango y podrían estar relacionadas con compuestos inorgánicos residuales del proceso de extracción. Esto puede indicar que la estructura de la película conserva su integridad morfológica, con una distribución uniforme de los componentes y sin evidencias de fracturas o defectos significativos.

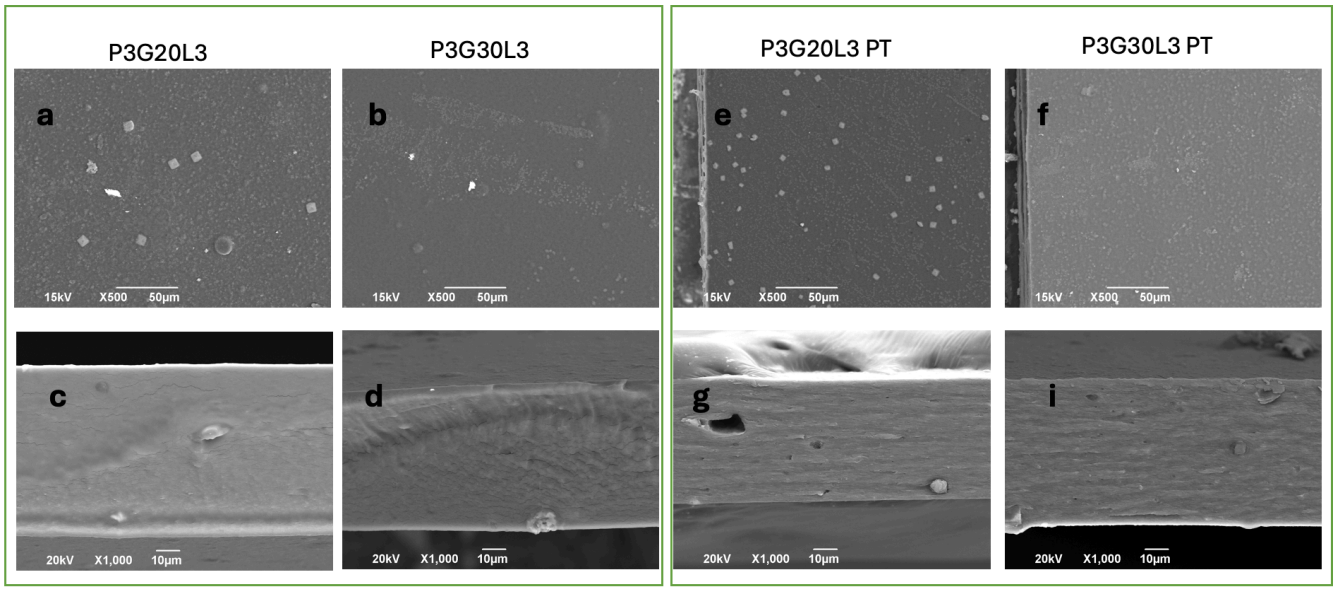


Figura 11. Microscopía electrónica de barrido (SEM) para películas de pectina antes de la tracción P3G20L3 (a y c) y P3G30L3 (b y d). Después de someterlas a tracción P3G20L3 PT (e y g) y P3G30L3 PT (f e i)

9. CONCLUSIONES

Se logró el procesamiento de los residuos de cáscaras de mango tipo Tommy que permitió la extracción de la pectina, usando ácido cítrico. Las condiciones óptimas para dicha extracción ácida fueron determinadas por medio de tratamiento estadístico por superficie de respuesta, arrojando un pH de 1,9, una temperatura de 76°C y un tiempo de 85 min. Bajo estas condiciones se logró un porcentaje de rendimiento en la extracción de 87,34%.

La pectina extraída de la cáscara de mango tiene alto grado de esterificación lo que la hace apta para formar películas basadas en este polímero, consiguiendo una temperatura de descomposición por encima de los 220°C. Por medio de análisis térmicos se pudo evidenciar que el glicerol como agente plastificante les confiere una estabilidad térmica adicional a las películas. Por otro lado, se determinó en las pruebas de tracción que la película formulada con 20% de glicerol presenta mejores propiedades mecánicas. Con respecto al color las películas tienen predominantemente un índice b* lo que se asocia al color amarillo y una diferencia de color total alta, lo que generalmente no es bueno porque en la industria, las películas buscan ser lo más transparentes posible para cumplir con los estándares estéticos y funcionales del mercado. En cuanto a la morfología las películas son homogéneas y uniformes, se observó la presencia de microburbujas, algunos minerales como el hierro y sales de calcio y potasio.

10. PERSPECTIVAS

Para complementar los resultados presentados en este trabajo de investigación, se sugiere realizar caracterizaciones adicionales a las películas, como pruebas de biodegradación, pérdida de peso en suelo, absorción de agua, permeabilidad al agua y al oxígeno. Además, se puede evaluar el reforzamiento de las películas con nanopartículas poliméricas con y sin presencia de moléculas funcionales, como los antioxidantes. Asimismo, aplicar los resultados del diseño por superficie de respuesta a extracción por microondas o asistida por ultrasonido. Por otro lado, para garantizar la homogeneidad de las películas empleando diferentes moldes o máquina de laboratorio para casting.

11. CONSIDERACIONES ÉTICAS

La información que contiene este trabajo de grado es una versión exacta, honesta y precisa de los resultados de la investigación que se propone en este documento. Esta propuesta no hace plagio de ideas, textos ni de datos de otros autores. No fabricará, falsificará datos ni será una duplicación de otra publicación. La información es original y en su mayoría son de fuentes primarias. El origen y autoría de las imágenes, datos e ideas que proceden de otros autores o fuentes y que hayan sido utilizados en la investigación serán declaradas explícitamente dentro del texto.

12. PROPIEDAD INTELECTUAL DE LA INFORMACIÓN Y SUS PRODUCTOS

La propiedad intelectual de los resultados obtenidos por este proyecto se rige por lo estipulado en la Resolución Rectoral 21231 del 5 de agosto de 2005 de la Universidad de Antioquia. Y la distribución de los beneficios obtenidos seguirá los lineamientos definidos en el Acta de Acuerdo de propiedad intelectual (ver Acta No 539 de 20 de enero de 2009 de CODI).

13. REFERENCIAS

Arevalo, K., Aleman, E., Rojas, G., Morales, L., & Galan, L. J. (2009). Properties and biodegradability of cast films based on agroindustrial residues, pectin and polyvinyl alcohol (PVA). *New Biotechnology, 25*, S287–S288. https://doi.org/10.1016/j.nbt.2009.06.651

Biratu, G., Woldemichael, H. W., & Gonfa, G. (2024). Development of active edible films from coffee pulp pectin, propolis, and honey with improved mechanical, functional, antioxidant, and antimicrobial properties. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications, 8*, 100557. https://doi.org/10.1016/j.carpta.2024.100557

Butler, I. P., Banta, R. A., Tyuftin, A. A., Holmes, J., Pathania, S., & Kerry, J. (2023). Pectin as a biopolymer source for packaging films using a circular economy approach: Origins, extraction, structure and films properties. *Food Packaging and Shelf Life, 40*, 101224. https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2023.101224

Chen, S., Xiao, L., Li, S., Meng, T., Wang, L., & Zhang, W. (2022). The effect of sonication-synergistic natural deep eutectic solvents on extraction yield, structural and physicochemical properties of pectins extracted from mango peels. *Ultrasonics Sonochemistry, 86*, 106045. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2022.106045

Chen, Y., Zhao, T., Cheng, L., Yang, B., & Wen, L. (2024). Degree of methyl esterification: A key factor for the encapsulation of icaritin with pectin. *International Journal of Biological Macromolecules, 260*, 129361. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.129361

Ezzati, S., Ayaseh, A., Ghanbarzadeh, B., & Heshmati, M. K. (2020). Pectin from sunflower by-product: Optimization of ultrasound-assisted extraction, characterization, and functional analysis. *International Journal of Biological Macromolecules, 165*, 776–786. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.205

European Commission. (2018). A European strategy for plastics in a circular economy. *European Commission*. Disponible en: https://ec.europa.eu

Firdaus, S., Ahmad, F., & Zaidi, S. (2024). Preparation and characterization of biodegradable food packaging films using lemon peel pectin and chitosan incorporated with neem leaf extract and its application on apricot fruit. *International Journal of Biological Macromolecules, 263*, 130358. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.130358

Huang, J., Hu, Z., Hu, L., Li, G., Yao, Q., & Hu, Y. (2021). Pectin-based active packaging: A critical review on preparation, physical properties and novel application in food preservation. *Trends in Food Science & Technology, 118*, 167–178. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.09.026

Jamsazzadeh Kermani, Z., Shpigelman, A., Pham, H. T. T., Van Loey, A. M., & Hendrickx, M. E. (2015).Functional properties of citric acid extracted mango peel pectin as related to its chemical structure. *Food Hydrocolloids, 44*, 424–434. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.10.018

Karim, R., et al. (2022). Pectin from lemon and mango peel: Extraction, characterisation and application in biodegradable film. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications, 4*, 100258. https://doi.org/10.1016/j.carpta.2022.100258

Kumar, V., & Tingirikari, J. M. R. (2023). Degree of methylation: A key to the functional properties of low methylated pectin derived from pectin rich agrowaste. *Food Bioscience, 56*, 103386. https://doi.org/10.1016/j.fbio.2023.103386

Lai, J. C. H., Mahesan, D., Abdul Samat, N. A. S. B., & Baini, R. (2022). Characterization and optimization of extracted pectin from unripe banana and mango fruit peels. *Materials Today: Proceedings, 65*(6), 1662–1670. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.05.345

Liang, W.-L., Liao, J.-S., Qi, J.-R., Jiang, W.-X., & Yang, X.-Q. (2022). Physicochemical characteristics and functional properties of high methoxyl pectin with different degrees of esterification. *Food Chemistry, 366*, 130579. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130579

Long, J., et al. (2022). Continuous hydrolysis of mango peel pectin for the production of antibacterial pectic oligosaccharides in packed-bed reactor using immobilized polygalacturonase. *Food Bioscience, 50*, 102117. https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102117

Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. (2023). El cultivo del mango y su potencial de valor agregado. *Federación de Mangos de Colombia*. Disponible en: www.fedemango.org

Pacheco-Jiménez, A. A., Heredia, J. B., Gutiérrez-Grijalva, E. P., Quintana-Obregón, E. A., & Muy-Rangel, M. D. (2022). Potencial industrial de la cáscara de mango (*Mangifera indica* L.) para la obtención de pectina en México. *TIP Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas, 25*(1), e419. https://doi.org/10.22201/fesz.23958723e.2022.419

Reichembach, L. H., Guerrero, P., de Oliveira Petkowicz, C. L., & de la Caba, K. (2024). Valorization of pectins from coffee wastes for the development of pectin-chitosan films. *Carbohydrate Polymers, 334*, 122057. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122057

Ribeiro, A. C. B., et al. (2021). From mango by-product to food packaging: Pectin-phenolic antioxidant films from mango peels. *International Journal of Biological Macromolecules, 193*, 1138–1150. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.10.131

Roy, S., Priyadarshi, R., Łopusiewicz, L., Biswas, D., Chandel, V., & Rhim, J. W. (2023). Recent progress in pectin extraction, characterization, and pectin-based films for active food

packaging applications: A review. *International Journal of Biological Macromolecules, 239*, 124248. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124248

Thakare, V. B., Jadeja, G. C., & Desai, M. A. (2023). Extraction of mangiferin and pectin from mango peels using process intensified tactic: A step towards waste valorization. *Chemical Engineering Research and Design, 192*, 280–288. https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.02.036

Spinei, M., Oroian, M., & Ursachi, V.-F. (2024). Characterization of biodegradable films based on carboxymethyl cellulose and citrus pectin films enriched with bee bread oil and thyme oil. *LWT - Food Science and Technology, 214*, 117088. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.117088