

UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE
FACULTAD DE INGENIERÍA EN CIENCIAS AGROPECUARIAS Y
AMBIENTALES

CARRERA DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL



TEMA:

**“OBTENCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE RESIDUOS CÍTRICOS
MEDIANTE EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO”**

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO AGROINDUSTRIAL**

Línea de investigación: Gestión, producción, productividad, innovación y desarrollo socioeconómico.

AUTOR:

BORIS MAURICIO CHUMA IPIALES

DIRECTOR:

ING. JOSÉ MANUEL PAÍS CHANFRAU PhD.

Ibarra – Ecuador

2026



**UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE
BIBLIOTECA UNIVERSITARIA**

**AUTORIZACIÓN DE USO Y PUBLICACIÓN
A FAVOR DE LA UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE**

1. IDENTIFICACIÓN DE LA OBRA

En cumplimiento del Art. 144 de la Ley de Educación Superior, hago la entrega del presente trabajo a la Universidad Técnica del Norte para que sea publicado en el Repositorio Digital Institucional, para lo cual pongo a disposición la siguiente información:

DATOS DE CONTACTO		
CÉDULA DE IDENTIDAD:	1004568018	
APELLIDOS Y NOMBRES:	CHUMA IPIALES BORIS MAURICIO	
DIRECCIÓN:	Chaltura, Luis Corrales	
EMAIL:	bmchumai@utn.edu.ec	
TELÉFONO FIJO:	TELÉFONO MÓVIL:	0939435637

DATOS DE LA OBRA	
TÍTULO:	Obtención de pectina a partir de residuos cítricos mediante extracción asistida por ultrasonido
AUTOR(ES):	Boris Mauricio Chuma Ipiales
FECHA: DD/MM/AAAA	19/02/2026
SOLO PARA TRABAJOS DE GRADO	
PROGRAMA:	<input checked="" type="checkbox"/> PREGRADO <input type="checkbox"/> POSGRADO
TÍTULO POR EL QUE OPTA:	Ingeniero Agroindustrial
DIRECTOR:	Ing. José Manuel País Chanfrau PhD.

2. CONSTANCIAS

El autor manifiesta que la obra objeto de la presente autorización es original y se la desarrolló, sin violar derechos de autor de terceros, por lo tanto, la obra es original y que es el titular de los derechos patrimoniales, por lo que asume la responsabilidad sobre el contenido de la misma y saldrá en defensa de la Universidad en caso de reclamación por parte de terceros.

Ibarra, a los 19 días del mes de febrero de 2026

EL AUTOR:

Boris Mauricio Chuma Ipiales

C.I.:1004568018

CERTIFICACIÓN DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

Ibarra, 19 de febrero de 2026

Ing. José Manuel País Chanfrau PhD.

DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

CERTIFICA:

Haber revisado el presente informe final del trabajo de integración curricular, el mismo que se ajusta a las normas vigentes de la Universidad Técnica del Norte; en consecuencia, autorizo su presentación para los fines legales pertinentes.

(f).....

Ing. José Manuel País Chanfrau PhD.

C.C: 0959747320

APROBACIÓN DEL COMITÉ CALIFICADOR

El comité calificador del trabajo de integración curricular “Obtención de pectina a partir de residuos cítricos mediante extracción asistida por ultrasonido” elaborado por Chuma Ipiales Boris Mauricio previo a la obtención del título de Ingeniero Agroindustrial, aprueba el presente informe de investigación en nombre de la Universidad Técnica del Norte.

(f).....

Ing. José Manuel País Chanfrau PhD.

C.C: 0959747320

(f).....

Ing. Jimmy Núñez Pérez MSc.

C.C: 1756606339

PRESENTACIÓN

Yo, **BORIS MAURICIO CHUMA IPIALES** como autor de la Tesis Titulada **“OBTENCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE RESIDUOS CÍTRICOS MEDIANTE EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO”**, me hago responsable de los resultados, discusión, conclusiones y demás partes de la investigación; y pongo este documento como fuente de apoyo para consultas dirigidas a todos los estudiantes.

AGRADECIMIENTO

A mis padres, María Mercedes Ipiates y Segundo Marcelo Chuma, quienes son un pilar fundamental en la construcción de mis proyectos de vida y una fuente constante de inspiración.

Especialmente agradezco a mi madre, quien me apoya incondicionalmente y me aconseja en las decisiones que tomo.

A mis amigos, con quienes compartí experiencias y momentos inolvidables. Juntos enfrentamos desafíos y aprendimos a ser perseverantes frente a las adversidades.

A mi director y guía de tesis Ing. José Manuel País Chanfrau PhD, a mi asesor Ing. Jimmy Núñez y a la Ing. Jhomaira Burbano. Les agradezco profundamente por su orientación, paciencia y valiosos conocimientos que fueron imprescindibles en el desarrollo y culminación de esta investigación.

DEDICATORIA.

El siguiente trabajo va dedicado a Dios, por brindarme la fortaleza necesaria para continuar en los momentos más difíciles de mi vida y permitirme alcanzar cada uno de mis objetivos.

A mis padres, aunque sé que no es suficiente dedicarles apenas unas páginas a quienes me han dedicado su vida.

A mis hermanos y familiares, quienes siempre me han brindado su apoyo. Este trabajo es también un reconocimiento a su presencia constante en mi vida.

A la soledad, que siempre me acompaña y en la cual encuentro el espacio necesario para reflexionar.

Boris Chuma

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	XIV
ÍNDICE DE TABLAS	XV
ÍNDICE DE ECUACIONES	XVI
RESUMEN	XVIII
ABSTRACT.....	XIX
CAPITULO I	1
1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 Antecedentes	1
1.2 Problema de investigación	2
1.3 Justificación	3
1.4 Objetivos.....	4
1.4.1 Objetivo general.....	4
1.4.2 Objetivos específicos	4
1.5 Hipótesis	4
1.5.1 Hipótesis nula (Hn).....	4
1.5.2 Hipótesis alternativa (Ha)	5
CAPITULO II.....	6
2. MARCO TEÓRICO.....	6
2.1 Generalidades.....	6

2.1.1	Críticos	6
2.1.2	Residuos de cítricos como fuente de pectina	6
2.2	Materia prima.....	7
2.2.1	Limón Meyer	7
2.3	Pectina.....	9
2.3.1	Estructura química del polímero.....	9
2.3.2	Clasificación de las sustancias pécticas	10
2.3.3	Usos y Aplicaciones.....	11
2.4	Características fisicoquímicas importantes.....	12
2.4.1	Grado de esterificación	12
2.4.2	Peso equivalente.....	13
2.4.3	Contenido de metoxilo.....	13
2.4.4	Contenido de ácido anhidrouónico.....	13
2.4.5	Análisis por espectrofotometría infrarroja FT-IR	14
2.5	Métodos de Extracción de Pectina.....	14
2.5.1	Técnicas convencionales.....	14
2.5.2	Técnicas avanzadas de extracción de pectina	15
2.6	Extracción asistida por ultrasonidos (EAU)	16
2.6.1	Degradación de polisacáridos por ultrasonido.....	16
2.6.2	Estudios de variaciones entre tecnologías de ultrasonido.....	17

2.6.3	Influencia de las variables en el proceso de (EAU).....	17
2.6.4	Mecanismo de la extracción asistida por ultrasonido	19
2.7	Diseños de Metodología de Superficie de Respuesta (RSM).....	21
2.8	Marco legal	21
CAPÍTULO III.....		23
3.	METODOLOGÍA.....	23
3.1	Marco metodológico	23
3.1.1	Tipo de investigación.....	23
3.1.2	Caracterización del área de estudio.....	23
3.1.3	Obtención de la materia prima.....	24
3.2	Materiales, equipos e insumos.....	25
3.3	Procedimiento de la investigación	26
3.3.1	Acondicionamiento de la materia prima.....	26
3.3.2	Caracterización de la materia prima empleada para la extracción de pectina	29
3.4	Establecimiento de parámetros para el proceso de extracción mediante ultrasonido.....	32
3.4.1	Condiciones y especificaciones de baño termostático	32
3.4.2	Factores de estudio.....	33
3.4.3	Aleatorización y descripción de tratamientos	34
3.4.4	Tamaño de la unidad experimental.....	35
3.4.5	Rendimiento de la pectina obtenida.....	36

3.4.6	Optimización y evaluación de parámetros que maximice el rendimiento de extracción.....	36
3.5	Evaluación de las características fisicoquímicas de la pectina extraída	37
3.5.1	Metodología aplicada.....	38
3.6	Análisis de datos	42
3.7	Matriz de operacionalización de variables.....	43
3.8	Manejo específico de la fase experimental	45
3.8.1	Diagrama de flujo del proceso	46
3.8.2	Descripción del proceso experimental	48
CAPITULO IV.....		50
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	50
4.1	Caracterización de la materia prima empleada para la extracción de pectina	50
4.2	Optimización de las variables de extracción de pectina	51
4.3	Análisis gráfico y estadístico del modelo de rendimiento de pectina.....	53
4.4	Evaluación de las características fisicoquímicas de la pectina extraída	60
4.4.1	Cenizas.....	61
4.4.2	Humedad.....	61
4.4.3	Grado de esterificación	61
4.4.4	Peso equivalente y acidez libre.....	62
4.4.5	Contenido de metoxilo.....	62

4.4.6	Contenido de ácido anhidrouónico (AUA).....	63
4.4.7	Análisis espectroscópico FT-IR.....	64
CAPITULO V.....		69
5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	69
5.1	Conclusiones.....	69
5.2	Recomendaciones	70
REFERENCIAS.....		71
ANEXOS		78

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura molecular básica de la pectina	10
Figura 2. Aplicaciones de la pectina en el mercado global	11
Figura 3. Pirámide de Kelsen organización jerárquica de poderes y leyes referente a la investigación.	22
Figura 4. Rango de valores de Índice de Color en Cítricos (ICC).....	27
Figura 5. Diagrama de bloques para la obtención de harina de limón.....	28
Figura 6. Diagrama de bloques para la extracción de pectina por baño ultrasónico	46
Figura 7. Análisis del modelo de las respuestas para el rendimiento de la extracción de pectina	55
Figura 8. Superficie de respuesta del rendimiento de extracción de pectina en función de la temperatura y el tiempo	58
Figura 9. Análisis de espectros FT-IR de pectina comercial y réplicas de pectinas extraídas de cítricos.....	64
Figura 10. Análisis FT-IR con deconvolución gaussiana de las bandas.....	67

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Taxonomía del limón Meyer.....	8
Tabla 2. Datos meteorológicos y de ubicación experimental	24
Tabla 3. Materiales, equipos y software a emplear en la investigación.....	25
Tabla 4. Determinaciones de variables cuantitativas.....	29
Tabla 5. Factores de estudio.....	33
Tabla 6. Ajustes del nivel de factores de estudio.....	34
Tabla 7. Aleatorización de tratamientos	35
Tabla 8. Determinación de propiedades fisicoquímicas	37
Tabla 9. Matriz de variables dependientes e independientes.....	43
Tabla 10. Resultados del análisis de la materia prima	50
Tabla 11. Resultados de tratamientos	52
Tabla 12. Análisis de varianza del modelo lineal reducido para el rendimiento	54
Tabla 13. Restricciones para soluciones de optimización de modelo.....	57
Tabla 14. Condiciones óptimas de extracción estimadas por el modelo de optimización.....	59
Tabla 15. Resultados de las réplicas realizadas bajo condiciones óptimas de extracción	59
Tabla 16. Validación experimental del modelo de predicción del rendimiento	60
Tabla 17. Análisis fisicoquímico de la pectina extraída	60
Tabla 18. Asignación de bandas características en los espectros FT-IR de pectinas experimentales y pectina comercial	65
Tabla 19. Comparación de los resultados del %DE y % DM obtenidos por titulación potenciométrica y análisis FT-IR.....	68

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Determinación de acidez titulable.....	29
Ecuación 2. Determinación del contenido de cenizas.....	30
Ecuación 3. Determinación del contenido de materia orgánica.....	30
Ecuación 4. Determinación del contenido de humedad.....	31
Ecuación 5. Determinación del contenido de materia seca.....	31
Ecuación 6. Determinación de la amplitud con relación a su potencia y frecuencia.....	32
Ecuación 7. Tamaño de la unidad experimental	36
Ecuación 8. Determinación del rendimiento.....	36
Ecuación 9. Determinación del contenido de cenizas.....	38
Ecuación 10. Determinación del contenido de humedad.....	38
Ecuación 11. Determinación de grado de esterificación.....	39
Ecuación 12. Determinación de peso equivalente	39
Ecuación 13. Cálculo de la acidez libre en pectina extraída.....	40
Ecuación 14. Determinación del contenido de metoxilo	40
Ecuación 15. Determinación del contenido total de ácido anhidrouónico	40
Ecuación 16. Relación entre las áreas de bandas FT-IR para grupos éster y carboxilo.....	41
Ecuación 17. Determinación del grado de esterificación mediante calibración FT-IR	42

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1.....	78
Anexo 2.....	79
Anexo 3.....	80
Anexo 4.....	83
Anexo 5.....	85

RESUMEN

El presente estudio tuvo como objetivo optimizar la extracción de pectina a partir de residuos del limón Meyer (*Citrus Meyeri Y. Tan*) mediante la técnica de extracción asistida por ultrasonido (EAU). Para ello, se caracterizó la composición fisicoquímica de los subproductos y se evaluaron las condiciones de extracción considerando variables como amplitud, tiempo de sonicación, temperatura y pH. Los experimentos se realizaron en un baño ultrasónico de 35 kHz y 320 W, aplicando un Diseño de Superficie de Respuesta (RSM) bajo un esquema Compuesto Central (CCD), lo que permitió identificar los parámetros más favorables para maximizar el rendimiento.

La caracterización fisicoquímica de la pectina obtenida, determinada mediante análisis titrimétricos directos e indirectos, indicó que se trata de una pectina de alto metoxilo. Se registró un grado de esterificación del 81,49 %, un contenido de metoxilo del 9,88 % y un porcentaje de ácido anhidrouónico del 74,86 %, además de otros compuestos importantes. Estos resultados se encuentran dentro de los rangos de referencia reportados por organismos e instituciones especializadas, como la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO, 2012), el Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN) y la International Pectin Producers Association (IPPA, 2014). Asimismo, el análisis por espectroscopía FT-IR confirmó la presencia de grupos funcionales característicos ($-OH$, $COOCH_3$ y COO^-), lo que respalda la similitud estructural y el comportamiento gelificante comparable al de pectinas comerciales.

Palabras clave: pectina, residuos cítricos, biopolímeros, ultrasonido, grado de esterificación, porcentaje de ácido anhidrouónico, contenido de metoxilo.

ABSTRACT

The present study aimed to optimize pectin extraction from Meyer lemon (*Citrus Meyeri Y. Tan*) residues using ultrasound-assisted extraction (UAE). The physicochemical composition of the by-products was characterized, and extraction conditions were evaluated considering variables such as amplitude, sonication time, temperature, and pH. Experiments were conducted in an ultrasonic bath operating at 35 kHz and 320 W, applying a Response Surface Methodology (RSM) under a Central Composite Design (CCD), which allowed the identification of the most favorable parameters to maximize yield.

The physicochemical characterization of the pectin obtained, determined through direct and indirect titrimetric analyses, indicated that it corresponds to a high-methoxyl pectin. A degree of esterification of 81.49 %, a methoxyl content of 9.88 %, and an anhydrouronic acid percentage of 74.86 % were recorded, along with other relevant compounds. These results fall within the reference ranges reported by specialized organizations and institutions, such as the Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO, 2012), the Ecuadorian Institute for Standardization (INEN), and the International Pectin Producers Association (IPPA, 2014). Furthermore, FT-IR spectroscopy analysis confirmed the presence of characteristic functional groups ($-\text{OH}$, COOCH_3 , and COO^-), supporting the structural similarity and gel-forming behavior comparable to that of commercial pectins.

Keywords: pectin, citrus residues, biopolymers, ultrasound, degree of esterification, anhydrogalacturonic acid percentage, methoxyl content.

LISTA DE SIGLAS

AUA: Ácido anhidrouónico

CP: Pectina comercial (*Commercial Pectin*)

DE: Grado de esterificación (*Degree of Esterification*)

EAU: Extracción asistida por ultrasonido

FAO: Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura

FT-IR: Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier

HM: Pectina de alto metoxilo

LM: Pectina de bajo metoxilo

INEN: Instituto Ecuatoriano de Normalización

IPPA: International Pectin Producers Association

CAPITULO I

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes

La obtención de pectina a partir de residuos cítricos mediante extracción asistida por ultrasonido es un área de investigación que ha cobrado relevancia en el contexto de la sostenibilidad y la valorización de subproductos agroindustriales. La investigación de Mahato et al. (2020) se centró en la caracterización química detallada y en la evaluación de diversos métodos de procesamiento. Sus resultados respaldan la viabilidad técnica de utilizar dichos residuos cítricos como fuente de insumos de mayor valor.

Con base en la investigación de Chandrasekar et al. (2024), en su estudio sobre la valorización de cáscaras de cítricos, encontró que la extracción de pectina asistida por ultrasonido depende de la amplitud, el tiempo de tratamiento y la relación sólido-líquido. Específicamente, tanto el tiempo de sonicación como la amplitud afectan positivamente el rendimiento, mientras que un mayor volumen de disolvente mejora significativamente la eficiencia del proceso.

De acuerdo con estudios realizados por Gerschenson et al. (2021), la extracción de pectinas a partir de subproductos agroindustriales puede realizarse mediante la aplicación de técnicas ultrasónicas. En su estudio se evaluaron distintas condiciones experimentales, entre ellas la incorporación de ácidos orgánicos, con el fin de comparar la eficiencia del proceso y determinar parámetros óptimos de extracción.

Según Panwar et al. (2023), en su investigación sobre la extracción de pectina mediante ultrasonido, señalan en la sección de caracterización fisicoquímica que, tanto la pectina comercial (CP) como la pectina extraída por ultrasonido (EAU), obtenidas en condiciones óptimas, presentaron un alto grado de esterificación con un valor $>50\%$ y un contenido de metoxilo $>7\%$.

La caracterización de la materia prima destinada a la extracción de biopolímeros resulta importante, en particular cuando se emplean residuos cítricos, considerados un recurso abundante pero poco aprovechado. Mahato et al. (2020) señalan que la composición bioquímica de estos subproductos influye de manera directa en el rendimiento y en la calidad de los biopolímeros obtenidos, lo que resalta la importancia de un análisis detallado previo al proceso de extracción.

1.2 Problema de investigación

Los cítricos representan uno de los cultivos de fruta más importantes a nivel mundial, con una producción anual que supera los 124,3 millones de toneladas. Sin embargo, tras su consumo, entre el 40 % y el 60 % de la fruta se descarta como residuo. Esto da lugar a la generación de entre 110 y 120 millones de toneladas anuales de residuos cítricos, provenientes principalmente de las industrias de procesamiento de cítricos. Este volumen de desechos plantea serios desafíos en materia de contaminación del suelo, de los recursos hídricos subterráneos y de la gestión de residuos húmedos y semisólidos (Mahato et al., 2020).

En Ecuador, la pectina posee diversas aplicaciones en la industria alimentaria, pero su uso está condicionado a la importación de países como Colombia, México, Argentina y China, lo que genera una dependencia externa y un alto costo económico para las empresas locales. De acuerdo con Guerrero Arregui & Moreno Almeida (2024) las cantidades de importación de pectina oscilan alrededor de 3000 kg al mes.

Por otro parte, sigue siendo un desafío el proceso de extracción eficiente de pectina a partir de residuos cítricos, utilizando tecnologías como el ultrasonido, aún no ha sido completamente explorado y optimizado. La falta de estudios específicos sobre esta técnica en diferentes regiones, del país, así como la escasa investigación sobre su aplicabilidad y escalabilidad, constituye una

brecha en el conocimiento que limita el aprovechamiento de los residuos cítricos y la reducción de la dependencia de las importaciones.

Las condiciones operativas del ultrasonido juegan un papel fundamental en el rendimiento y las características fisicoquímicas de la pectina obtenida. Sin embargo, se requieren estudios más sistemáticos que consideren todos los aspectos mencionados para contar con una base de datos sólida que permita optimizar el proceso (Lin et al., 2026).

En este contexto, la propuesta de esta investigativa está enfocada en la necesidad de aprovechar el potencial dichos subproductos y el de realizar un análisis estadístico riguroso para determinar las variables más influyentes en el proceso de extracción. De manera que se busca maximizar el rendimiento de extracción satisfaciendo la demanda del mercado local.

1.3 Justificación

La presente investigación se centra en la optimización de la extracción de pectina mediante ultrasonido. Este proceso se realiza utilizando residuos cítricos, específicamente, cáscara de limón Meyer. La relevancia de este subproducto radica en su alta disponibilidad en la industria alimentaria y en que la corteza de cítrico presenta un contenido y una calidad de pectina particularmente aptos para la extracción.

La extracción de pectina a partir de residuos cítricos, mediante tecnologías innovadoras como la asistida por ultrasonido, surge como una alternativa sostenible. Esta técnica de extracción es limpia, reducen significativamente el tiempo de extracción, minimizan el consumo de solvente y logran altos rendimientos de pectina con propiedades fisicoquímicas deseables, haciéndolos más amigables con el medio ambiente y rentables (Pei et al., 2024).

La usencia de producción nacional de pectina en Ecuador y la dependencia de importaciones con costos elevados justifican la necesidad de investigar alternativas locales de extracción a partir de dichos subproductos. De acuerdo con Álvarez (2024), el precio de la pectina importada oscila entre 20 y 34 dólares por kilogramo, lo que incrementa los gastos de producción en las industrias que la utilizan.

Desde un punto de vista ambiental, esta investigación se alinea con los principios del desarrollo sostenible y podría considerarse una economía circular. Al transformar los residuos en productos útiles no solo reducen la carga sobre los vertederos, sino que también minimiza las emisiones asociadas con el manejo inadecuado de desechos (García-García et al., 2023). Al promover el uso responsable de recursos naturales y fomentar prácticas sostenibles, este estudio puede tener un impacto significativo en el ámbito ambiental y económico .

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

- ✓ Obtener pectina a partir de residuos cítricos mediante extracción asistida por ultrasonido

1.4.2 Objetivos específicos

- ✓ Caracterizar la materia prima empleada para la extracción de pectina.
- ✓ Establecer parámetros para el proceso de extracción mediante ultrasonido.
- ✓ Evaluar las características fisicoquímicas de la pectina extraída.

1.5 Hipótesis

1.5.1 Hipótesis nula (Hn)

El ultrasonido empleado en la extracción de pectina a partir de residuos cítricos no afecta el rendimiento de la pectina obtenida.

1.5.2 Hipótesis alternativa (Ha)

El ultrasonido empleado en la extracción de pectina a partir de residuos cítricos afecta el rendimiento de la pectina obtenida.

CAPITULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Generalidades

2.1.1 Cítricos

Los cítricos, clasificados en el género Citrus de la familia Rutácea, presentan una notable diversidad morfológica, que va desde formas redondas hasta oblongas. Entre los representantes más comunes de este grupo se encuentran naranjas, mandarinas, limas, limones, pomelos y cidras (Lv et al., 2015).

La Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO) 2012 reportó que estas frutas se encuentran entre las más consumidas mundialmente, atribuyendo su popularidad a su perfil nutricional y a la presencia de compuestos bioactivos derivados del metabolismo secundario de las plantas.

En la actualidad, las áreas subtropicales se caracterizan por una producción a gran escala dirigida al mercado internacional, mientras que en los trópicos su consumo se destina principalmente al ámbito local (Yoc., 2020).

2.1.2 Residuos de cítricos como fuente de pectina

Los residuos cítricos están constituidos principalmente por cáscaras y pulpa prensada (semillas y membranas de segmentos), que representan aproximadamente el 50% del peso del fruto (Santiago et al., 2020). Aproximadamente un tercio de los cítricos se utiliza para procesamiento, lo que produce cerca de 50–60% de residuos orgánicos (Satari & Karimi, 2018).

Los residuos cítricos se caracterizan por tener un nivel de pH bajo (3–4), alta materia orgánica (95% de sólidos totales) y alto contenido de agua (alrededor de 80–90%) (Satari & Karimi, 2018).

De acuerdo con Santiago et al. (2020), los residuos cítricos poseen altos niveles de pectina, celulosa, hemicelulosa, azúcares solubles, y en menor medida compuestos bioactivos como aceites esenciales.

2.2 Materia prima

2.2.1 Limón Meyer

Según investigaciones realizadas por Pupiales (2021), el limón Meyer (*Citrus Meyeri Y. Tan*) ha sido descrito como un híbrido entre el limón (*Citrus limon*) y otro cítrico como la naranja (*Citrus sinensis*). Este fruto fue descubierto en Pekín, China, por Frank N. Meyer y posteriormente introducido en los Estados Unidos en 1908 como planta ornamental.

Por su parte, la Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 1757 caracteriza al limón Meyer por su forma redondeada, con cáscara lisa y gruesa cuya coloración evoluciona del verde al amarillo al alcanzar la madurez completa. El mesocarpio, de tonalidad verde a amarillenta, es jugoso y se distingue por su elevado contenido de pectina. Además, el fruto contiene semillas en su interior, lo que complementa su descripción morfológica.

2.2.1.1 Características botánicas

Con base en estudios realizado por Moposita (2023), el limón Meyer presenta la siguiente clasificación taxonómica.

Tabla 1.

Taxonomía del limón Meyer

Nombre comercial	Limón Meyer
Nombre científico	<i>Citrus Meyeri Y. Tan</i>
Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Subclase	Rosidae
Orden	Sapindales
Familia	Rutaceae
Subfamilia	Citroideae
Tribu	Citreae
Género	Citrus
Especie	Citrus limón

2.2.1.2 Estructura del limón Meyer

Los estudios realizados por Fuertes & Unaicho (2024), permiten identificar y describir la estructura anatómica del limón Meyer (*Citrus Meyeri Y. Tan*), el cual presenta tres capas principales.

- **Epicarpio o flavedo**

Esta estructura se sitúa principalmente en la capa externa ,se caracteriza por su elevada concentración de pigmentos y aceites esenciales.

- **El mesocarpio o albedo**

Se localiza de forma subyacente. Este tejido, de apariencia esponjosa y color blanquecino, está compuesto fundamentalmente por celulosa, hidratos de carbono y aproximadamente un 20%

de sustancias pécticas. En el fruto fresco, esta capa puede representar entre el 20% y el 60% del total, con un contenido de humedad que oscila entre el 75% y el 80%.

- **Endocarpio**

Conforma la porción comestible del fruto, representando del 65% al 70% de su peso total. Está organizado en segmentos o lóculos que albergan vesículas glandulares ricas en jugo y, en ciertos casos, semillas

2.3 Pectina

La pectina es un polisacárido con amplias aplicaciones como aditivo tecnológico en la industria de alimentos. Sus propiedades funcionales le confieren la capacidad de actuar como agente gelificante, espesante, emulsionante y estabilizante en diversas formulaciones alimentarias (Franco, 2022).

La pectina representa una familia de polisacáridos complejos, que constituyen la composición porcentual más alta de la masa vegetal de aproximadamente el 35% en las células de las plantas dicotiledóneas, mientras que las gramíneas contienen entre el 2 y el 10% y los tejidos leñosos contienen el 5% (Chandel et al., 2022).

Con base en Pei et al. (2024), actualmente la mayor parte de la pectina comercial proviene de fuentes cítricas, representando aproximadamente el 85.5% de la producción total.

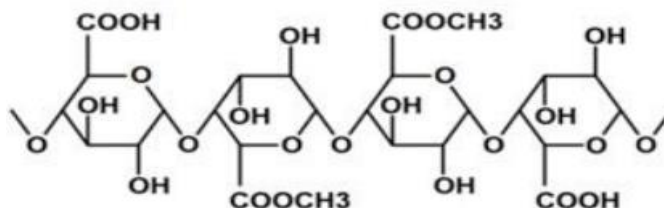
2.3.1 Estructura química del polímero

La estructura polimérica básica de la pectina está formada por cadenas lineales de unidades de ácido α -D-galacturónico (GalA) unidas mediante enlaces glucosídicos α -(1 \rightarrow 4), las cuales constituyen el dominio principal de esta macromolécula. Al ser polianiones carboxilados, presentan efectos electrostáticos en agua en función del pH, fuerza iónica y/o presencia de cationes

divalentes, mostrando propiedades espesantes y gelificantes, e importante capacidad de hidratación e hinchamiento. Sin embargo, al ser la pectina un polisacárido complejo, su composición depende del origen botánico y la variedad, del tejido vegetal, del estado de maduración y del procedimiento utilizado para su extracción (Gerschenson et al., 2021).

Figura 1.

Estructura molecular básica de la pectina



Nota. Tomado de Zegada (2015)

2.3.2 Clasificación de las sustancias pécticas

Con base en Chandel et al. (2022) se han clasificado las sustancias pécticas en cuatro categorías principales reportadas por la American Chemical Society.

- **La protopectina**

Es una forma insoluble en agua que se encuentra predominantemente en las capas internas de las paredes celulares de las plantas, donde cumple una función estructural. Esta sustancia no posee capacidad gelificante y se considera el precursor de la pectina soluble. Mediante una despolimerización controlada, la protopectina puede transformarse en pectina.

- **El ácido péctico**

Se genera a partir de la pectina mediante la acción de enzimas que eliminan grupos metil éster. Aunque es soluble en agua, no presenta propiedades gelificantes.

- **Los ácidos pectínicos**

Están compuestos por cadenas largas de poligalacturonanos con menos del 75% de unidades de galacturonato metilado; sus sales se denominan pectinatos.

2.3.3 Usos y Aplicaciones

En el ámbito de la tecnología de alimentos, la pectina se emplea ampliamente como aditivo funcional, actuando como agente espesante, estabilizante y coloide protector en diversas formulaciones.

La pectina con un grado de esterificación (DE) superior $> 50\%$ forma un gel en soluciones de alta concentración de azúcar a un pH inferior a 3,5. Se aplica en la producción de mermeladas y jaleas, rellenos de frutas, postres. Por otro lado, La pectina con un (DE) $< 50\%$ forma un gel en un amplio rango de pH de 2 a 6 en presencia de iones de calcio u otros cationes multivalentes. Se utiliza en la producción de productos lácteos dietéticos, productos a base de soja, entre otros (Gurev et al., 2023).

Figura 2.
Aplicaciones de la pectina en el mercado global



Nota. Tomado de Diez (2021)

2.4 Características fisicoquímicas importantes

2.4.1 Grado de esterificación

El grado de esterificación (DE) es un parámetro importante que determina las propiedades funcionales de la pectina, particularmente su capacidad de formación de geles (Benmebarek et al., 2025). Este índice se define como la proporción, expresada en porcentaje, de grupos carboxilo que se encuentran esterificados con metanol en relación con el número total de grupos carboxilo presentes en la cadena de pectina (Karbuz & Tugrul, 2021).

2.4.1.1 Clasificación de la pectina de acuerdo con su grado de esterificación

La pectina puede clasificarse en dos tipos según el grado de esterificación. Este parámetro se determina a partir de la proporción de grupos carboxílicos esterificados respecto al total de grupos carboxílicos presentes.

- **Pectinas de alto metoxilo**

Las pectinas de alto metoxilo (HM) presentan más del 50% de sus grupos carboxilo esterificados. Su principal característica es que un mayor grado de esterificación incrementa la temperatura necesaria para la gelificación. Forman geles en medios ácidos, con un pH entre 2.8 y 3.5, y requieren una alta concentración de azúcares (60-70% de sólidos solubles)(Aina et al., 2012).

- **Pectinas de bajo metoxilo**

Las pectinas de bajo metoxilo (LM), con menos del 50% de esterificación, gelifican mediante un mecanismo iónico. Requieren la presencia de cationes divalentes, como el calcio, en un medio ácido (Benmebarek et al., 2025). Estos iones forman puentes entre las cadenas de pectina al unirse a sus grupos carboxilo libres. Dicho entrecruzamiento da lugar a la estructura tridimensional del gel.

Ambos tipos de pectina, tanto la de alto como la de bajo metoxilo, se emplean ampliamente en aplicaciones comerciales (Hossain et al., 2024).

2.4.2 Peso equivalente

De acuerdo con Panwar et al. (2023), el peso equivalente es un indicador clave en la caracterización de pectinas, debido a que refleja la concentración de grupos carboxilo libres de ácido galacturónico no esterificados en su estructura molecular. Un mayor peso equivalente se correlaciona directamente con una mejora en la capacidad gelificante del biopolímero, lo que determina su idoneidad para aplicaciones en la formulación de diversos productos alimenticios (Israel et al., 2019).

2.4.3 Contenido de metoxilo

La pectina se clasifica en dos tipos según su contenido de metoxilo: de alto metoxilo (HM) con más del 7.12%, y de bajo metoxilo (LM) entre 2.5% y 7.12% según la International Pectin Producers Association IPPA, (2014). Estas diferencias dependen del origen botánico y del proceso de extracción, pues durante la madurez aumenta la concentración de azúcares y disminuyen los grupos metoxilo. Ambas características peso molecular y grado de metoxilación determinan propiedades funcionales clave como la formación de geles, solubilidad y comportamiento emulsionante (Chen et al., 2021).

2.4.4 Contenido de ácido anhidrouónico.

El contenido de ácido anhidrouónico (AUA) es un parámetro que se utiliza como indicador de la pureza de la pectina obtenida en procesos de extracción. Según los estándares de calidad para su uso en la industria alimentaria, este valor debe ser igual o superior al 65% cuando la pectina se destina a ser empleada como aditivo (Khamsucharit et al., 2018).

2.4.5 Análisis por espectrofotometría infrarroja FT-IR

La espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) es una técnica empleada para analizar la estructura interna de las moléculas de pectina y poder identificar los enlaces químicos presentes en ella (Lin et al., 2026).

Esta técnica posee diversas ventajas, como su rapidez, precisión, bajo coste y capacidad multianalítica. Esta última característica posibilita la predicción simultánea de diversos parámetros fisicoquímicos a partir de un único espectro (Mousa et al., 2022).

2.5 Métodos de Extracción de Pectina

2.5.1 Técnicas convencionales

- **Hidrólisis Ácida**

Este método consiste en la hidrólisis de carbohidratos, formando la estructura de la pectina que se encuentra uniendo un ácido galacturónico con otro ácido galacturónico ya sea esterificado o no, implicando que la extracción de pectina sea en presencia de una solución de ácidos en caliente, debido a que los enlaces glucosídicos son más rápidamente destruidos en medio ácido que alcalino en los que poseen estabilidad (Torres-Mendoza et al., 2023).

- **Extracción alcalina**

La pectina también se extrae utilizando soluciones alcalinas que tienen un rango de pH de 9 a 13 y a una temperatura entre 32 y 80 °C con agitación continua. El rendimiento de pectina suele ser mayor en la extracción alcalina en comparación con la extracción ácida (S. Kumar et al., 2023).

2.5.2 Técnicas avanzadas de extracción de pectina

2.5.2.1 Extracción asistida por enzimas (EAE)

La utilización de enzimas como celulasa, proteasa, alcalasa, hemicelulasa, pectina liasa, xilanasas, amilasa y pectinesterasa facilita la liberación de pectina al romper la estructura de la matriz celular vegetal. Las enzimas que degradan polisacáridos como la endo y exopoligalacturonasa, ramnogalacturonano hidrolasa, ramnogalacturonano liasa, ramnogalacturonano ramnohidrolasa, ramnogalacturonano galacturonano hidrolasa y endo xilogalacturonano hidrolasa han demostrado ser herramientas adecuadas para la elucidación estructural de la pectina debido a su alta especificidad hacia la generación de fragmentos pécticos poliméricos objetivo (S. Kumar et al., 2023).

2.5.2.2 Extracción asistida por microondas (MAE)

El calentamiento por microondas es un tipo de calentamiento dieléctrico que emplea ondas electromagnéticas con frecuencias superiores a 100 MHz, abarcando un rango que va desde 300 MHz hasta 300 GHz. En el ámbito doméstico, los hornos microondas operan comúnmente a una frecuencia estándar de 2,45 GHz. La extracción asistida por microondas (MAE) se considera una tecnología verde y eficiente, en la cual un disolvente polar, como el agua, absorbe la radiación electromagnética, generando calor de manera rápida y uniforme. Este calentamiento acelera la transferencia de masa y facilita la ruptura de la compleja red estructural de celulosa y hemicelulosa, permitiendo así la liberación de pectina (S. Kumar et al., 2023).

Además (S. Kumar et al., 2023), mencionan que entre las principales ventajas de la MAE se destacan la reducción significativa del tiempo de extracción, el aumento del rendimiento, la distribución homogénea de la temperatura, el menor consumo de disolvente y una menor

despolimerización de la pectina en comparación con los métodos convencionales de extracción ácida.

2.6 Extracción asistida por ultrasonidos (EAU)

El ultrasonido en el rango de 20-100 kHz se utiliza a menudo en la extracción fitoquímica. Las ondas sonoras (ultrasonido) se comprimen y expanden a medida que se mueven a través de un medio líquido, y la cavitación hidrodinámica resultante (desarrollo, expansión y colapso de numerosas burbujas de vapor diminutas) tiene lugar en el líquido o cerca de la superficie del material objetivo, formando la base de la EAU que da como resultado la penetración del solvente en la pared celular, lo que facilita la transferencia de masa. La EAU presenta un mayor rendimiento de pectina, un tiempo de extracción más corto, especialmente en medio ácido, y es más benigna en términos ambientales que el enfoque tradicional de extracción de pectina (S. Kumar et al., 2023).

2.6.1 Degradación de polisacáridos por ultrasonido

La degradación por ultrasonidos de los polisacáridos es inducida por la cavitación acústica, pero mediante diferentes mecanismos. La intensa tensión y la energía de corte generadas por la cavitación (efectos mecánicos) dan como resultado escisiones irreversibles de la cadena. La degradación por ultrasonidos puede ser una escisión de cadena aleatoria o una escisión de cadena de punto medio, dependiendo de la composición y conformación estructural de los polisacáridos (Cui & Zhu, 2021).

2.6.2 Estudios de variaciones entre tecnologías de ultrasonido

2.6.2.1 Sonda ultrasónica

La extracción de pectina mediante un procesador ultrasónico de sonda, operando a una potencia máxima de 500 W y una frecuencia de 20 kHz, con un ciclo de pulsación del 50 % (15 segundos encendido y 15 segundos apagado), fue evaluada bajo distintas condiciones experimentales. Se analizaron cuatro variables del proceso: temperatura, tiempo, amplitud y pH. El rendimiento máximo de extracción alcanzado fue del 28.73 ± 0.12 %, bajo condiciones óptimas de 40 °C, 37 % de amplitud, pH 1.9 y un tiempo de sonicación de 24 minutos. Además, la caracterización comparativa entre la pectina obtenida por ultrasonido y la pectina comercial mostró que ambas presentaban alta pureza y correspondían al tipo de pectinas altamente esterificadas (Panwar et al., 2023).

2.6.2.2 Baño ultrasónico

Con base en la investigación de Yauri et al. (2024) en su estudio, se indica que el uso de un baño ultrasónico de 40 kHz (160 W; 100 % de amplitud) como pretratamiento durante 15 minutos a una temperatura constante de 50 °C con solución de ácido cítrico (pH 3.0) permitió aumentar los rendimientos de pectina y acortar los tiempos de agitación magnética posterior (1400 rpm; 50 °C) a 60 min.

2.6.3 Influencia de las variables en el proceso de (EAU)

2.6.3.1 Soluciones extractivas

En el contexto de la extracción química de pectina, la incorporación de soluciones ácidas desempeña un papel fundamental, ya que actúan como agentes extractantes que facilitan la solubilización y difusión de la pectina contenida en los tejidos vegetales hacia el medio líquido,

generalmente en dos etapas. No obstante, este procedimiento presenta una limitación significativa: durante el proceso, una fracción de la pectina solubilizada puede perderse, lo cual incide negativamente tanto en el rendimiento global de la extracción como en las propiedades fisicoquímicas del biopolímero obtenido (García-García et al., 2023).

2.6.3.2 pH

El control del potencial de hidrógeno (pH) constituye un factor crítico durante el proceso de extracción de pectina, debido a su impacto directo tanto en la calidad del producto final como en el rendimiento del proceso. Según la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO), el contenido mínimo de ácido requerido en la pectina debe ser del 65 %. En este contexto, diversos estudios han demostrado que una disminución en los valores de pH particularmente a niveles iguales o inferiores a pH 2, favorece un incremento en la cantidad de pectina extraída. Por el contrario, un aumento del pH se asocia con una reducción significativa del rendimiento del proceso extractivo (García-García et al., 2023).

2.6.3.3 Amplitud

Se requiere una intensidad mínima para alcanzar el umbral de cavitación. Esto significa que amplitudes más altas no siempre son necesarias para obtener los resultados deseados. Por eso, se debe alcanzar el equilibrio entre los efectos deseados y la amplitud de sonicación ya que, las amplitudes altas conducen a intensidades de sonicación altas, y las intensidades de sonicación altas pueden promover algunos efectos no deseados, como la degradación del analito (Yauri et al., 2024).

2.6.3.4 Temperatura

La temperatura es un parámetro crítico en el proceso de extracción de pectina, ya que su control adecuado incide directamente en la eficiencia del procedimiento. Las combinaciones entre

la temperatura y el tiempo de exposición tienen un efecto significativo en los resultados obtenidos. En términos generales, las temperaturas aplicadas durante la extracción oscilan entre los 40 °C y los 100 °C, dependiendo del tipo de materia prima y del método utilizado (García-García et al., 2023).

2.6.3.5 Tiempo

El tiempo de exposición al ultrasonido es un parámetro determinante en la eficiencia del proceso de extracción. En las etapas iniciales, un aumento del tiempo de sonicación mejora el rendimiento, ya que la cavitación inducida por el ultrasonido promueve fenómenos físicos como la hinchazón, la hidratación, la fragmentación estructural y la formación de poros en la matriz vegetal. Estos efectos facilitan la liberación del soluto al incrementar el área de contacto entre el sólido y el disolvente, lo que favorece la transferencia de masa (K. Kumar et al., 2021)

Sin embargo, cuando el tiempo de sonicación se prolonga, puede producirse un deterioro estructural del compuesto extraído, lo que reduce la eficiencia del proceso y disminuye el rendimiento final. Este comportamiento también se observa con incrementos excesivos en la potencia y la temperatura, lo que sugiere la necesidad de optimizar estos parámetros para maximizar la extracción sin comprometer la integridad del soluto (K. Kumar et al., 2021).

2.6.4 Mecanismo de la extracción asistida por ultrasonido

La extracción asistida por ultrasonido (EAU) se fundamenta en la aplicación de energía ultrasónica en combinación con solventes, con el propósito de aislar compuestos específicos presentes en matrices vegetales. El ultrasonido corresponde a ondas mecánicas cuya frecuencia excede los 20 kHz, superando así el rango audible para el oído humano (20 Hz–20 kHz). Dichas ondas se transmiten a través de medios sólidos, líquidos o gaseosos mediante ciclos sucesivos de compresión y rarefacción, lo que ocasiona el desplazamiento de las moléculas respecto a su

posición inicial. Cuando la onda ultrasónica se aplica con alta intensidad, se produce la formación, expansión y posterior implosión de microburbujas de vapor en el fluido. Durante la fase de compresión, el colapso de estas burbujas genera condiciones extremas, alcanzando temperaturas cercanas a 5000 K y presiones máximas de 50 MPa. Estos denominados “puntos calientes” originan fuerzas de cizallamiento y ondas de choque que favorecen la ruptura de estructuras celulares y, en consecuencia, la liberación de componentes intracelulares (K. Kumar et al., 2021).

2.6.4.1 La cavitación

El mecanismo central de la extracción asistida por ultrasonido es la cavitación acústica. Este proceso se caracteriza por la generación, expansión y colapso de burbujas dentro del medio líquido, lo que origina microturbulencias y ondas de choque capaces de modificar la matriz vegetal. Dichas alteraciones físicas incluyen la ruptura de células, la erosión localizada y la formación de poros, además de la aplicación de fuerzas de corte. Como consecuencia, se incrementa la penetración del solvente y el grado de hinchamiento de la matriz celular, lo que se traduce en una mejora sustancial en la eficiencia del proceso de extracción (K. Kumar et al., 2021).

Durante el proceso de cavitación se generan poros en las membranas celulares, fenómeno conocido como sonoporación, que favorece la liberación de compuestos intracelulares. Asimismo, el ciclo de formación y colapso de las burbujas de cavitación produce fuerzas de corte y turbulencias en el medio líquido, lo que ocasiona la disrupción de las paredes celulares y, en consecuencia, incrementa la eficiencia en la liberación de compuestos bioactivos (Kumar et al., 2021).

2.6.4.2 Potencia ultrasónica

En la extracción asistida por ultrasonido, la potencia suministrada al sistema se expresa comúnmente como un porcentaje de amplitud, en un rango de 0 a 100 %, donde el 100 %

corresponde a la potencia nominal máxima del equipo. La densidad de potencia, expresada en vatios por mililitro ($W \cdot mL^{-1}$), se calcula como la potencia disipada por unidad de volumen del medio de extracción. Diversos estudios han evidenciado una relación lineal entre la amplitud ultrasónica y la potencia de salida, en particular cuando la amplitud se sitúa entre el 30 % y el 80 % de la capacidad máxima del equipo (K. Kumar et al., 2021).

De acuerdo con (K. Kumar et al., 2021) la potencia aplicada en la extracción ultrasónica de compuestos bioactivos a partir de subproductos de frutas y hortalizas varía considerablemente, dependiendo tanto del tipo de compuesto objetivo como de la naturaleza de la matriz vegetal. En general, los valores de potencia utilizados en estos procesos oscilan entre 20 y 700 W.

El uso de ultrasonido de alta intensidad y baja frecuencia genera un fuerte esfuerzo cortante y fuerza mecánica deseable en el proceso de extracción, mientras que la baja densidad de potencia y alta frecuencia produce una gran cantidad de radicales reactivos (K. Kumar et al., 2021).

2.7 Diseños de Metodología de Superficie de Respuesta (RSM)

El diseño central compuesto (CCD) y diseños Box-Behnken (BBD). Nos permite comprender el comportamiento del sistema y su optimización al mismo tiempo. El CCD Puede ser aplicado una vez delimitado los factores importantes mediante el método de cribado. Esta metodología facilita la comprensión de la curvatura de la respuesta y estimar los efectos de orden superior (Jankovic et al., 2021).

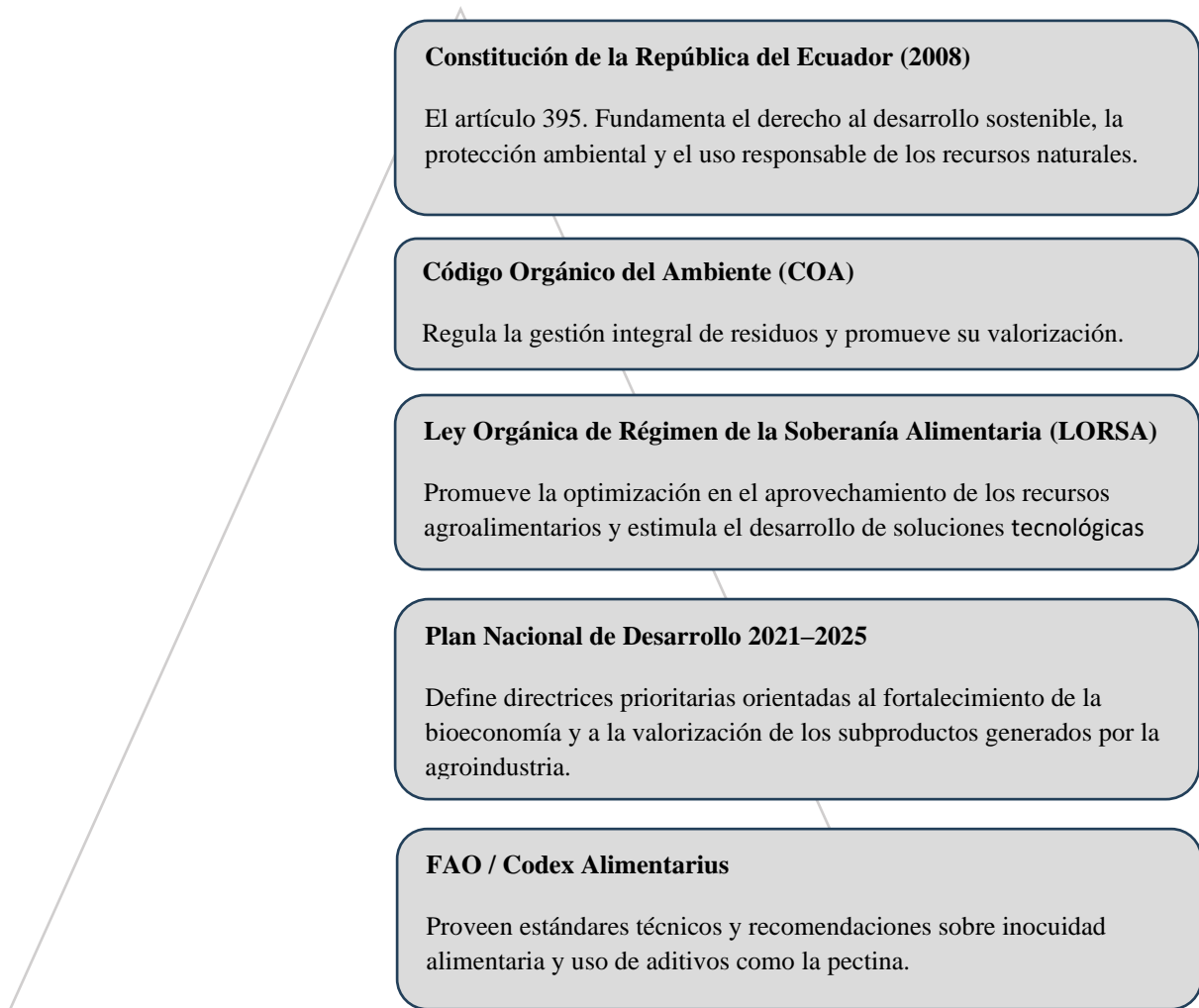
2.8 Marco legal

En la Figura 3 se representa la Pirámide de Kelsen, la cual comprende la organización y relación de las distintas normas legales que rigen en el Ecuador, desde la Constitución hasta las regulaciones específicas aplicables a procesos tecnológicos y ambientales. El marco legal respalda

el desarrollo de tecnologías sostenibles, como la extracción de pectina a partir de residuos cítricos mediante ultrasonido, y se alinea con principios constitucionales, ambientales y de soberanía alimentaria.

Figura 3.

Pirámide de Kelsen organización jerárquica de poderes y leyes referente a la investigación.



CAPÍTULO III

3. METODOLOGÍA

3.1 Marco metodológico

El presente capítulo describe en detalle el enfoque, el tipo, el diseño y las técnicas empleadas en la investigación, cuyo objetivo principal es la obtención de pectina a partir de residuos cítricos mediante la extracción asistida por ultrasonido como método innovador y sustentable. La selección de esta metodología responde a la necesidad de optimizar el aprovechamiento de subproductos agroindustriales, reducir la dependencia de importaciones y promover procesos ambientalmente responsables.

3.1.1 Tipo de investigación

Dada la naturaleza del estudio, se adoptó un enfoque cuantitativo con diseño experimental, lo que permitió un control riguroso de las variables involucradas y la aplicación de herramientas estadísticas para determinar el efecto de los factores de estudio.

De acuerdo con Samaniego (2022), el enfoque cuantitativo se caracteriza por el uso de magnitudes, la observación y medición de las unidades de análisis, el muestreo, el tratamiento estadístico, así como por su diseño metodológico y experimental. Estos elementos son puntos clave que permiten distinguir este enfoque en la investigación. En este enfoque distintivo, los procesos se organizan de manera secuencial y rigurosa, lo que facilita la comprobación de la hipótesis.

3.1.2 Caracterización del área de estudio

La experimentación se llevó a cabo en la ciudad de Ibarra, en la Facultad de Ingeniería en Ciencias Agropecuarias Y Ambientales (FICAYA), específicamente en el Campus Colegio

Universitario y el Campus San Vicente de Paúl. En la Tabla 2 se detalla la ubicación de los laboratorios en cuestión.

Tabla 2.

Datos meteorológicos y de ubicación experimental

Provincia:	Imbabura
Cantón:	Ibarra
Ciudad:	Ibarra
Altitud:	2.232 msnm
Latitud:	0,352°
Temperatura media:	18°C
Humedad relativa:	60%
Laboratorios:	Campus Colegio Universitario <i>Laboratorio de Bioprocesos</i> ubicado en las Unidades Edu productivas, Campus “San Vicente de Paul”-, <i>Laboratorio de Biotecnología Aplicada.</i>

Nota. Tomado de Weather Spark, (2024)

3.1.3 Obtención de la materia prima.

La fruta empleada para realizar el análisis experimental fue el limón Meyer (*Citrus Meyeri Y. Tan*). Los residuos cítricos provendrán de la empresa CITRONSAFT S.A.S., ubicada en la parroquia Imbaya (San Luis de Cobuendo), en la calle Santiago de Rey. Esta empresa se dedica principalmente a la conservación de frutas y verduras. Para considerar los residuos cítricos como

materia prima para este estudio, se toman las condiciones adecuadas para su posterior traslado al laboratorio de bioprocesos.

3.2 Materiales, equipos e insumos.

Para la determinación del experimento se utilizarán los siguientes materiales, insumos y equipos.

Tabla 3.

Materiales, equipos y software a emplear en la investigación.

Materiales de campo	Materiales de laboratorio	Equipos
Papel filtro	Mesa de acero inoxidable	Balanza infrarroja
Papel aluminio	Frascos Schott de 250ml	Estufa
Contenedores plásticos	Corning de 15ml	Centrifuga
Tablas de picar	Desecador	Baño ultrasónico
Cuchillos	Bandejas	Refrigerador
Tanques plásticos	Embudo cónico	Molino industrial
Fundas de papel herméticas	Micropipeta 1000 μ L	Balanza analítica
	Vasos de precipitación	Balanza digital
	250 ml, 50 ml	Espectrofotometría FT-IR
	Bureta 50 ml	
	Probeta 250 ml	
	Matraz aforado 250 ml	
	Vidrio reloj	
	Mortero	
	Piseta	
	Gradilla	
	Soporte universal	
	Crisoles	
	pH-metro	

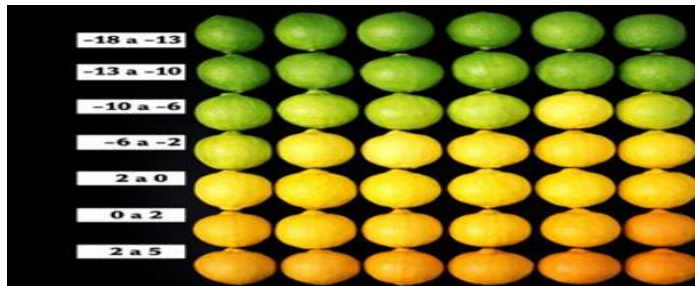
Reactivos	Software
Ácido clorhídrico (HCl 1N)	Excel 2019
Ácido cítrico (C ₆ H ₈ O ₇ 3M)	RStudió
Hidróxido de sodio (NaOH 1N)	Minitab
Agua destilada	
Etanol grado alimenticio (96% v/v)	
Fenolftaleína	

3.3 Procedimiento de la investigación

3.3.1 Acondicionamiento de la materia prima

En la Figura 4 se presenta el rango del índice de madurez según la colorimetría del fruto. Para el limón Meyer utilizado en el desarrollo de esta investigación, dicho índice oscila entre -10 a -6 y -6 a -2, denominados “pinto” y “maduro”, respectivamente. No obstante, la determinación del estado de madurez del cítrico se realizó en base a la acidez titulable conforme a los requerimientos establecidos en la normativa INEN 1757, la cual incorpora a la norma INEN-ISO 750:2013 para la determinación de acidez titulable. Este índice resulta esencial, ya que diversos estudios han demostrado que la pectina presente en limones pintones es más accesible y puede extraerse con mayor eficiencia.

Figura 4.
Rango de valores de Índice de Color en Cítricos (ICC)



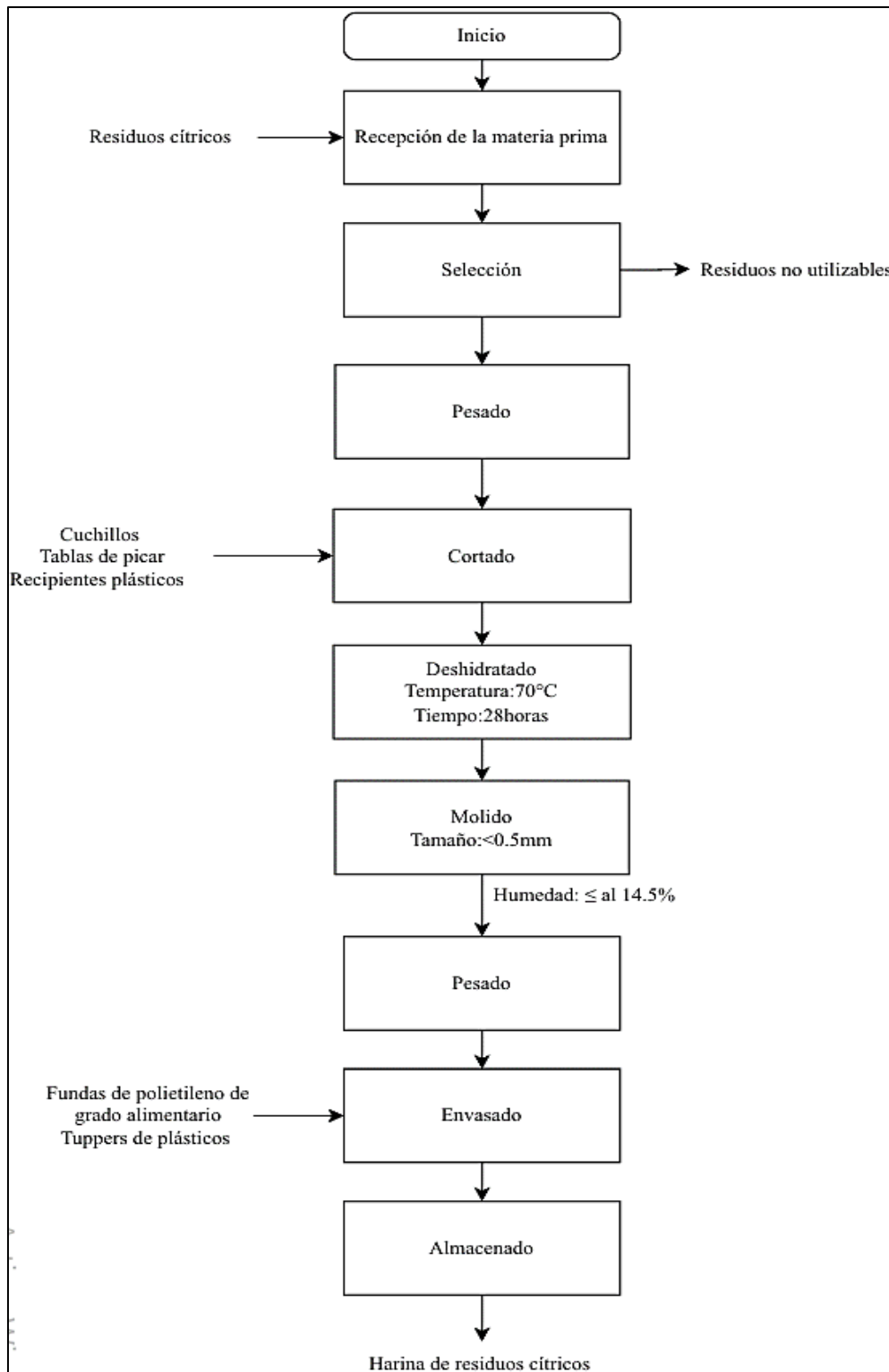
Tomado de Estación Experimental Agroindustrial Obispo Colombres (EEAOC), por Aranda, N., & Valdez, I., (2019).

En la Figura 5 se muestra el procedimiento para la obtención de harina de limón mediante deshidratación con un secador de bandejas de aire caliente, con el fin de prolongar la vida útil de la materia prima. La harina se obtuvo a partir de las cáscaras de limón, que se clasificaron, rechazando aquellas que presentaron proliferación de hongos u otras irregularidades, tanto externas como internas. Todo el material considerado óptimo se corta a 4 cm de largo y 3 cm de ancho, siendo estas las dimensiones requeridas por el molino industrial.

Posteriormente, se trasladó al secador durante 4 días, 7 horas diarias, a una temperatura constante de 70 °C. El producto fue removido constantemente todos los días, para asegurar un secado homogéneo. Se implementaron inspecciones diarias para verificar el grado de deshidratación mediante pesaje. Cuando los residuos lograron alcanzar un peso constante, se determinó que habían alcanzado las condiciones adecuadas para ser recolectados y trasladados al molino industrial para ser procesados, dando como resultado partículas de <0.5 mm. Por último, se determinó su contenido de humedad gracias a la balanza infrarroja, el rango de la humedad debe ser \leq al 14.5% según la normativa NTE INEN 616, con la finalidad de evitar el crecimiento microbiológico.

Figura 5.

Diagrama de bloques para la obtención de harina de limón



3.3.2 Caracterización de la materia prima empleada para la extracción de pectina

Tras el acondicionamiento de la materia prima, se procede a la caracterización, la cual nos ayudó a determinar la calidad y el potencial de la harina de limón como fuente para la obtención de pectina. En este sentido, se realizó un análisis por triplicado de muestras generales de todo el contenido, donde se detallaron las propiedades fisicoquímicas de los residuos cítricos, específicamente en cuanto a su contenido de humedad, cenizas y materia seca.

Tabla 4.

Determinaciones de variables cuantitativas.

Análisis	Físico	Método de ensayo	Unidades
Químico			
Índice de madurez		INEN 750	%
Cenizas		AOAC 923.03	%
Humedad		ME-711.02-023	%
Materia seca		ME-711.02-023	%
Materia orgánica		GRAVIMÉTRICO INDIRECTO	%

3.3.2.1 Índice de madurez

Inicialmente, se toma una muestra representativa de 100 mL de jugo fresco, la cual se homogeniza y posteriormente se filtra. Con ayuda de una pipeta, se extrae una alícuota de 2 mL de la muestra general y se transfiere a un matraz Erlenmeyer. Esta alícuota se diluye en 20 mL de agua destilada. Finalmente, se agregan tres gotas de fenolftaleína y se procede a titular con hidróxido de sodio 0.1 N, hasta observar un viraje a color rosado pálido que persiste durante 30 segundos. El contenido de acidez se calcula utilizando la ecuación 1.

Ecuación 1. *Determinación de acidez titulable.*

$$\%Acidez = \frac{V \times N \times F \times 100}{m}$$

Donde:

V: Cantidad en mL de NaOH gastado

N: Normalidad de la base usadas en la titulación(0.1N)
F: Peso equivalente expresado en gramos de ácido cítrico (g/meq)
M: Peso de la muestra en gramos.

3.3.2.2 Determinación de Cenizas

Una vez acondicionada la materia prima, se pesa una cantidad representativa de la muestra previamente deshidratada y se coloca en un crisol tarado; posteriormente, se realiza un calentamiento suave inicial para eliminar la mayor parte de la materia orgánica sin pérdidas por volatilización, y luego el crisol se introduce en una mufla a una temperatura de entre 500 y 600 °C hasta obtener un residuo blanco o gris; una vez finalizado el proceso, el crisol se enfría en un desecador y se pesa en balanza analítica, calculándose el porcentaje de cenizas en relación con el peso inicial de la muestra mediante la fórmula correspondiente en la ecuación 2.

Ecuación 2. *Determinación del contenido de cenizas*

$$\%Cenizas = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0} \times 100$$

Donde:

P0: Peso del crisol vacío

P1: Peso del crisol con la muestra

P2: Peso del crisol con las cenizas

3.3.2.3 Materia orgánica

El porcentaje de materia orgánica (MO%) se obtuvo a partir del contenido de cenizas determinado previamente. Para ello, se aplicó la ecuación 3, en la cual el porcentaje de materia orgánica se calcula como la diferencia entre el 100 % y el porcentaje de cenizas.

Ecuación 3. *Determinación del contenido de materia orgánica*

$$\% \text{ Materia organica} = 100 - \% \text{ cenizas}$$

3.3.2.4 Contenido de humedad

Para la determinar la humedad, se pesa previamente una caja Petri limpia y seca, luego se coloca aproximadamente de 1 a 2 g de muestra molida y tamizada. El conjunto se introduce en un horno de secado a 105 °C hasta alcanzar peso constante, lo que asegura la completa eliminación del agua libre. Posteriormente, se enfría en un desecador para evitar la absorción de humedad ambiental y se vuelve a pesar; la diferencia entre el peso inicial y final corresponde al contenido de agua, el porcentaje de humedad en la muestra se determina con la ecuación 4.

Ecuación 4. *Determinación del contenido de humedad*

$$\% \text{Humedad} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

Donde

M₀:Caja Petri vacía

M₁:Caja Petri + muestra

M₂: Masa en gramos final

3.3.2.5 Materia seca

El porcentaje de humedad obtenido anteriormente nos ayuda a determinar la expresión de la matriz en base seca porcentual (Akachat et al., 2025).La ecuación 5 nos ayuda a definir este porcentaje de materia seca.

Ecuación 5. *Determinación del contenido de materia seca*

$$\% \text{ Materia seca} = 100 - \% \text{ Humedad}$$

3.3.2.6 Manejo de la materia prima

Una vez obtenido el material experimental, este se almacenó a temperatura ambiente, evitando la entrada de humedad. Posteriormente, se trasladará al laboratorio de Biotecnología Aplicada, ubicado en el Campus Universitario San Vicente de Paúl, donde se continuó con la fase experimental.

3.4 Establecimiento de parámetros para el proceso de extracción mediante ultrasonido

3.4.1 Condiciones y especificaciones de baño termostático

En esta investigación se utilizó un baño termostático modelo Raypa UCD-150, que cuenta con una potencia de trabajo de 320 W y una amplitud que va del 50% al 100%. En este caso, se realizó un ajuste y determinación de este porcentaje hasta alcanzar una amplitud adecuada, como se muestra en la Ecuación 6. Tomando en consideración que la frecuencia será de 35 kHz, proporcionada por el equipo y considerada constante.

Ecuación 6. Determinación de la amplitud con relación a su potencia y frecuencia.

$$\text{Potencia (W)} = \frac{1}{2} \rho c A^2 F^2$$

$$A^2 = \frac{2W}{\rho c A^2 F^2}$$

$$A = \sqrt{\frac{2W}{\rho c A^2 F^2}}$$

3.4.2 Factores de estudio

Tabla 5.

Factores de estudio

Factores	Niveles
Variables:	
Amplitud (%)	<ul style="list-style-type: none">• A1: -1• A2: 0• A3: +1
Temperatura (°C)	<ul style="list-style-type: none">• T1: -1• T2: 0• T3: +1
Tipo de ácido (C), (pH)	<ul style="list-style-type: none">• C1: -1• C2: 0• C3: +1
Tiempo (minutos)	<ul style="list-style-type: none">• t1: -1• t2: 0• t3: +1
Constantes:	
Frecuencia (kHz)	35

Tabla 6.*Ajustes del nivel de factores de estudio*

Factores	Niveles reales		
	-1	0	1
<ul style="list-style-type: none"> • Tipo de ácido (C) (pH) HCl (1N); C ₆ H ₈ O ₇ (3M); NaOH (1N)	2	3	4
<ul style="list-style-type: none"> • Amplitud (%) 	50	70	90
<ul style="list-style-type: none"> • Tiempo de extracción (t) 	20	40	60
<ul style="list-style-type: none"> • Temperatura (C°) 	40	50	60

Para definir las condiciones óptimas en la extracción de pectina, se realizó la evaluación de parámetros experimentales relacionados con el ajuste de pH y el funcionamiento del equipo ultrasónico. En este análisis se consideraron como factores principales el pH, la amplitud, la temperatura y el tiempo de extracción. Este enfoque permitió identificar las condiciones más favorables para maximizar el rendimiento del proceso y, posteriormente, optimizar los parámetros operativos con el fin de asegurar la calidad del producto obtenido.

3.4.3 Aleatorización y descripción de tratamientos

Los factores se aleatorizaron con el software Minitab, utilizando un modelo de superficie de respuesta de Box-Behnken. Este modelo permitió representar las diferentes interacciones y efectos cuadráticos entre los factores considerados, que incluyen amplitud, pH, tiempo de sonicación y temperatura, como se muestra en la Tabla 7. De los 28 tratamientos aleatorizados, se generaron repeticiones del tratamiento central. Todos los tratamientos fueron evaluados en función del rendimiento de la pectina obtenida de cada combinación.

Tabla 7.*Aleatorización de tratamientos*

N°	Amplitud (A)	Tipo de ácido (pH),(C)	Tiempo (t)	Temperatura (T°)	Combinaciones	Rendimientos (%)
1	0	0	-1	0	A2,C2,t1,T2	%
2	0	0	+1	-1	A2,C2,t3,T1	%
3	+1	-1	0	0	A3,C1,t2,T2	%
4	0	0	0	+1	A2,C2,t2,T3	%
5	0	+1	+1	0	A2,C3,t3,T2	%
6	0	+1	0	-1	A2,C3,t2,T1	%
7	-1	+1	0	0	A1,C3,t2,T2	%
8	0	+1	-1	0	A2,C3,t1,T2	%
9	+1	+1	0	0	A3,C3,t2,T2	%
10	+1	0	+1	0	A3,C2,t3,T2	%
11	+1	0	0	-1	A3,C2,t2,T1	%
12	-1	-1	0	0	A1,C1,t2,T2	%
13	0	+1	0	+1	A2,C3,t2,T3	%
14	0	0	-1	-1	A2,C2,t1,T1	%
15	+1	0	0	+1	A3,C2,t2,T3	%
16	-1	0	-1	0	A1,C2,t1,T2	%
17	0	0	0	0	A2,C2,t2,T2	%
18	0	-1	-1	0	A2,C1,t1,T2	%
19	-1	0	+1	0	A1,C2,t3,T2	%
20	0	0	0	0	A2,C2,t2,T2	%
21	0	-1	+1	0	A2,C1,t3,T2	%
22	0	0	-1	+1	A2,C2,t1,T3	%
23	+1	0	-1	0	A3,C2,t1,T2	%
24	0	-1	0	+1	A2,C1,t2,T1	%
25	0	0	+1	+1	A2,C2,t3,T3	%
26	-1	0	0	+1	A1,C2,t2,T3	%
27	-1	0	0	-1	A1,C2,t2,T1	%
28	0	0	0	0	A2,C2,t2,T2	%

3.4.4 Tamaño de la unidad experimental

La cantidad que se empleará es de 1:15 en relación (m/v), que en esta ocasión será 10 g de harina de residuos de limón. Este valor será determinado, considerando la capacidad de los frascos de extracción, que es de 250 ml

Ecuación 7. Tamaño de la unidad experimental

$$\text{Masa del soluto} = \frac{\text{Volumen ajustado}}{rm/v}$$

3.4.5 Rendimiento de la pectina obtenida

De los tratamientos aleatorizados de la Tabla 7, se obtuvieron datos estadísticos para poder determinar el rendimiento de la pectina obtenida, por lo cual se empleará la ecuación 8, que según Huablocho et al. (2024), se toma la cantidad de pectina seca obtenida (*A*) con respecto al total de materia utilizada al inicio (*B*) de la extracción.

Ecuación 8. Determinación del rendimiento

$$\% \text{Rendimiento} = \frac{A}{B} \times 100$$

3.4.6 Optimización y evaluación de parámetros que maximice el rendimiento de extracción

Para la optimización parámetros se utilizó la metodología de superficie de respuesta basado en optimizar la función de deseabilidad. Esta metodología identifica las condiciones de los factores como la temperatura, tiempo, amplitud y pH, lo cual maximiza la función de deseabilidad.

A través del software Design Expert se presentaron 3 posibles condiciones favorables de extracción que optimizan el rendimiento de extracción.

Por otro lado, el análisis de varianza (ANOVA) de la MSR describe adecuadamente la superficie de respuesta real y determinar si la ecuación polinomial es significativa, esclareciendo el valor promedio de los tratamientos o determinando si los factores causaron deseabilidad en las respuestas. Al realizar un ajuste adecuado se determina las condiciones óptimas de operación (Murillo & Fernández, 2021).

La eficiencia del modelo propuesto se evaluó mediante el coeficiente de determinación ajustado (R^2_{adj}), el cual permite contrastar la proporción de variabilidad explicada por el modelo frente a la variación total, cuantificada a través de la suma de cuadrados (SC) (Murillo & Fernández, 2021).

3.5 Evaluación de las características fisicoquímicas de la pectina extraída

Una vez obtenidos los tratamientos preliminares, la fase de análisis se llevará a cabo en el *Laboratorio de Biotecnología Aplicada*, donde se evaluarán las características fisicoquímicas, determinando el contenido de cenizas, humedad, peso equivalente, acidez libre, contenido de metoxilo, grado de esterificación y Contenido de ácido anhidrourónico.

Tabla 8.

Determinación de propiedades fisicoquímicas

Análisis fisicoquímico	Método de ensayo	Unidades
Contenido de cenizas	AOAC 923.03	%
Contenido de humedad	ME-711.02-023	%
Peso equivalente	Titulación	g/eq
Acidez libre	Titulación	eq/g
Contenido de metoxilo	Titulación	%
Grado de esterificación	Espectrofotometría; FTIR	%
Contenido de ácido anhidrourónico	Método titrimétrico indirecto	%

3.5.1 Metodología aplicada

3.5.1.1 Determinación de cenizas

El contenido de cenizas se determinó por diferencia de pesos, para ello se emplea la

Ecuación 9:

Ecuación 9. *Determinación del contenido de cenizas*

$$\%Cenizas = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0} \times 100$$

Donde:

P₀: Peso del crisol vacío

P₁: Peso del crisol con la muestra

P₂: Peso del crisol con las cenizas

3.5.1.2 Determinación de humedad

Para determinar la humedad se sigue la metodología OAC con ligeras modificaciones, donde se pesa una cantidad conocida de polvo de pectina, como 1 g, en una placa de Petri. La muestra se coloca en un horno entre 100 °C y 105 °C hasta que se alcance un peso constante. Después del secado, se retira la muestra del horno y se deja enfriar hasta temperatura ambiente; posteriormente se traslada a un desecador para evitar la absorción de humedad del aire. Por último, se pesa la muestra enfriada y seca. El contenido de humedad se calculará como el porcentaje obtenido mediante calcinación, según la Ecuación 10.

Ecuación 10. *Determinación del contenido de humedad*

$$\%Humedad = \frac{P_i - P_f}{m} \times 100$$

Donde:

P_i: Peso de la palca más la muestra húmeda (g)

P_f: Peso de la placa más la muestra seca (g)

m: Peso de la muestra húmeda (g)

3.5.1.3 Determinación de grado de esterificación

El grado de esterificación (GE) de la pectina se determinó mediante el método de titulación determinada por Panwar et al., (2023) con ligeras modificaciones. Brevemente, se humedecieron 100 mg de muestra de pectina con 2 mL de etanol y se disolvieron en 20 mL de agua destilada bajo agitación continua hasta su completa disolución. Se añadieron cinco gotas de fenolftaleína y se tituló con NaOH 0.1 N hasta la aparición de un color rosa pálido (V_1). Posteriormente, se agregaron 10 mL adicionales de NaOH 0.1 N, se agitó durante 15 minutos, y luego se neutralizó con 10 mL de HCl 0.1 N hasta la desaparición del color rosa. Finalmente, se tituló nuevamente con NaOH 0.1 N hasta la reaparición del color rosa pálido (V_2). El grado de esterificación se calculó según la Ecuación 11.

Ecuación 11. *Determinación de grado de esterificación*

$$\%GE = \frac{V_2}{V_1 + V_2} \times 100$$

3.5.1.4 Determinar el peso equivalente y acidez libre

El peso equivalente se determinó mediante titulación ácido-base. Brevemente, se disolvieron 0.5 g de pectina seca en una mezcla de 5 mL de etanol, 1 g de cloruro de sodio y 100 mL de agua destilada. Tras la adición de seis gotas de indicador rojo de fenol, la solución se tituló con hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N hasta el viraje a un color rosa persistente. El volumen de álcali consumido se registró. El peso equivalente se calculó mediante la Ecuación 12.

Ecuación 12. *Determinación de peso equivalente*

$$PE(g/eq) = \frac{\text{Peso de la muestra}(g)}{V(ml)NaOH \times N_{NaOH}}$$

La acidez libre se calcula utilizando la Ecuación 13, donde VNaOH corresponde al volumen de NaOH utilizado en la titulación y N a la normalidad de la solución de NaOH.

Ecuación 13. *Cálculo de la acidez libre en pectina extraída*

$$\text{Acidez libre (meq/g)} = \frac{V(\text{ml})\text{NaOH} \times N_{\text{NaOH}}}{\text{Peso de la muestra (mg)}}$$

3.5.1.5 Determinación del contenido de metoxilo

El porcentaje de grupos metoxilo se calculó a partir del mismo extracto que se utilizó para el PE. Al hidrolizado neutro se le añadieron 25 mL de NaOH 0.25 N, se agitó y se dejó en reposo a temperatura ambiente durante 30 minutos para desmetilar la pectina. Luego, se neutralizó con 25 mL de HCl 0.25 N y se tituló nuevamente con NaOH 0.1 N (Panwar, Parmjit S. Panesar, et al., 2023). El valor del contenido de metoxilo se calculará mediante la Ecuación 14.

Ecuación 14. *Determinación del contenido de metoxilo*

$$\% \text{MeO} = \frac{V(\text{ml})\text{NaOH} \times N_{\text{NaOH}} \times 31 \times 100}{\text{Peso de la muestra (g)} \times 1000}$$

3.5.1.6 Contenido de ácido anhidrouónico

El contenido de ácido anhidrouónico (AUA), se calculó a partir de los volúmenes de titulación obtenidos en las determinaciones del peso equivalente (VA) y del contenido de metoxilo (VB). Este parámetro expresa la proporción de unidades de ácido galacturónico en la muestra. El porcentaje de AUA se determinó mediante la Ecuación 15.

Ecuación 15. *Determinación del contenido total de ácido anhidrouónico*

$$\% \text{AUA} = \frac{176 \times N_{\text{NaOH}} \times VA \times 100}{\text{Peso de la muestra (g)} \times 1000} + \frac{176 \times N_{\text{NaOH}} \times VB \times 100}{\text{Peso de la muestra (g)} \times 1000}$$

3.5.1.7 Análisis espectroscópico FT-IR

El procedimiento de extracción se llevó a cabo siguiendo la metodología propuesta por Jarrín-Chacón et al. (2023), con ligeras modificaciones. Las pectinas obtenidas mediante extracción ácida con HCl, junto con una muestra comercial utilizada como referencia, fueron caracterizadas mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR). Para ello se empleó un espectrómetro FTIR (Agilent Technologies Inc., Santa Clara, CA, USA) acoplado a un sistema ATR con cristal de diamante. Los espectros se registraron en el rango de 400 a 4000 cm^{-1} , con una resolución de 4 cm^{-1} .

El grado de esterificación (DE) se determinó a partir del análisis espectroscópico, considerando la relación entre las áreas de bandas específicas. Previo al cálculo, los espectros fueron sometidos a corrección de línea base. Las áreas correspondientes a las bandas del grupo carboxilo éster ($\sim 1740 \text{ cm}^{-1}$) y del grupo carboxilo libre ($\sim 1630 \text{ cm}^{-1}$) se obtuvieron mediante la deconvolución de la región espectral comprendida entre 1740 y 1630 cm^{-1} . A partir de estas áreas se calculó la razón espectral (R), también denominada grado de metilación (DM), siguiendo la Ecuación 16 adaptada de Jarrín-Chacón et al. (2023) y Valencia (2019).

Ecuación 16. *Relación entre las áreas de bandas FTIR para grupos éster y carboxilo*

$$R = \frac{A_{1740}}{A_{1740} + A_{1630}} \times 100 = \%DM$$

Donde A_{1740} es el área integrada de la banda atribuida al estiramiento C=O del éster (COOCH_3) y A_{1630} es el área integrada de la banda atribuida al estiramiento C=O del ácido (COOH) ionizado (carboxilato).

Finalmente, el porcentaje de grado de esterificación (DE) se calculó aplicando la Ecuación 17 de calibración establecida a partir de un conjunto de pectinas patrón con DE conocido Valencia (2019).

Ecuación 17. *Determinación del grado de esterificación mediante calibración FTIR*

$$\%DE = 124.7 \times R + 2.2013$$

3.6 Análisis de datos

Una vez obtenidos los resultados, se procederá a la evaluación comparando resultados con investigaciones previas y conforme a las normativas establecidas, entre ellas la normativa INEN y FAO. Asimismo, se realizará un análisis estadístico utilizando el Software Design expert versión 23.1.8(Stat-Ease, Inc., 2024) en conjunto con el modelo de superficie de respuesta (RSM) y diseño de Box-Behnken(BBD), aplicando ANOVA.

3.7 Matriz de operacionalización de variables

Tabla 9.

Matriz de variables dependientes e independientes

Denominación	Unidad de medida	Técnica e instrumentos para obtener información	Frecuencia de observación y/o Medida	Fórmula si lo requiere	Estudios relacionados
Variables Dependientes:					
Rendimiento de pectina	%	Balanza analítica; pesaje de pectina seca y materia prima	Una vez por extracción	$\% \text{Rendimiento} = \frac{A}{B} \times 100$	Gerschenson et al. (2021)
Contenido de cenizas	%	Método AOAC 923.03; mufla; balanza analítica	Una vez por extracción	$\% \text{Cenizas} = \frac{Pc2 - Pc0}{Pc1 - Pc0} \times 100$	Reichembach & de Oliveira Petkowicz (2020)
Contenido de humedad	%	Método ME-711.02-023; estufa; balanza analítica	Una vez por extracción	$\% \text{Humedad} = \frac{Pi - Pf}{m} \times 100$	García-García et al. (2023)
Grado de esterificación	%	Titulación; espectrofotometría FT-IR	Una vez por extracción	$\% \text{GE} = \frac{V2}{V1+V2} \times 100;$ $\% \text{DE} = 124.7 \times R + 2.2013$	Panwar et al. (2023)
Peso equivalente	g/mol	Titulación con NaOH	Una vez por extracción	$\text{PE(g/eq)} = \frac{W_{\text{muestra}}(\text{g})}{V_{\text{NaOH}}(\text{mL}) \times N_{\text{NaOH}}}$	Huablocho et al. (2024) ; Panwar et al. (2023)
Acidez libre	%	Titulación con NaOH	Una vez por extracción	$\text{Acidez libre(meq/g)} = \frac{V(\text{ml})\text{NaOH} \times N_{\text{NaOH}}}{\text{Peso de la muestra(mg)}}$	
Contenido de metoxilo:	%	Titulación con NaOH; fenolftaleína	Una vez por extracción	$\% \text{MeO} = \frac{V_{\text{NaOH}}(\text{mL}) \times N_{\text{NaOH}} \times 31}{W_{\text{muestra}}(\text{g})} \times 100$	Panwar et al. (2023)

Ácido anhidrouróico		Método titrimétrico indirecto	Una vez por extracción	$\%AUA = \frac{176xN_{NaOH} xVAx100}{Peso\ de\ la\ muestra(g)x1000} + \frac{176xN_{NaOH} xVBx100}{Peso\ de\ la\ muestra(g)x1000}$	Panwar et al. (2023)
Grupos funcionales	-	Espectrofotometría FT-IR	Una vez por extracción	Evaluación basada en áreas bajo los picos espectrales.	Jarrín-Chacón et al. (2023)
Grado de Metoxilación		Espectrofotometría FT-IR	Una vez por extracción	$R = \frac{A_{1740}}{A_{1740} + A_{1630}} \times 100 = \%DM$	Huablocho et al. (2024)
Variables independientes:					
Amplitud del ultrasonido	W	Baño termostático	Una vez por extracción	-	Yauri et al. (2024)
Temperatura	°C	Termómetro digital; baño termostático	Una vez por extracción	-	Mahato et al. (2020)
pH	Unidades de pH	Medidor de pH	Una vez por extracción	-	Gerschenson et al. (2021)
Tiempo de extracción	Minutos	Temporizador digital	Una vez por extracción	-	Li et al. (2024)

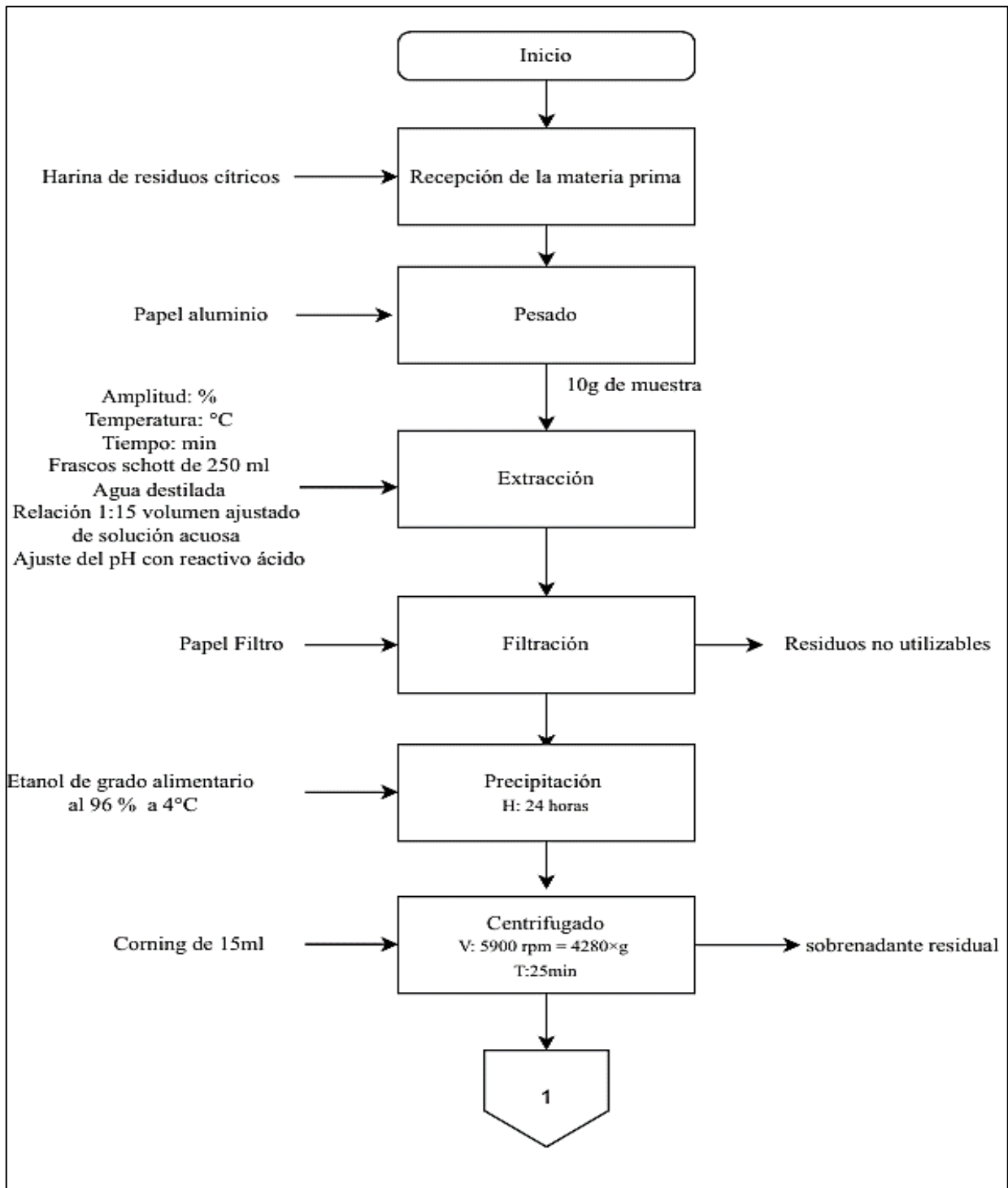
3.8 Manejo específico de la fase experimental

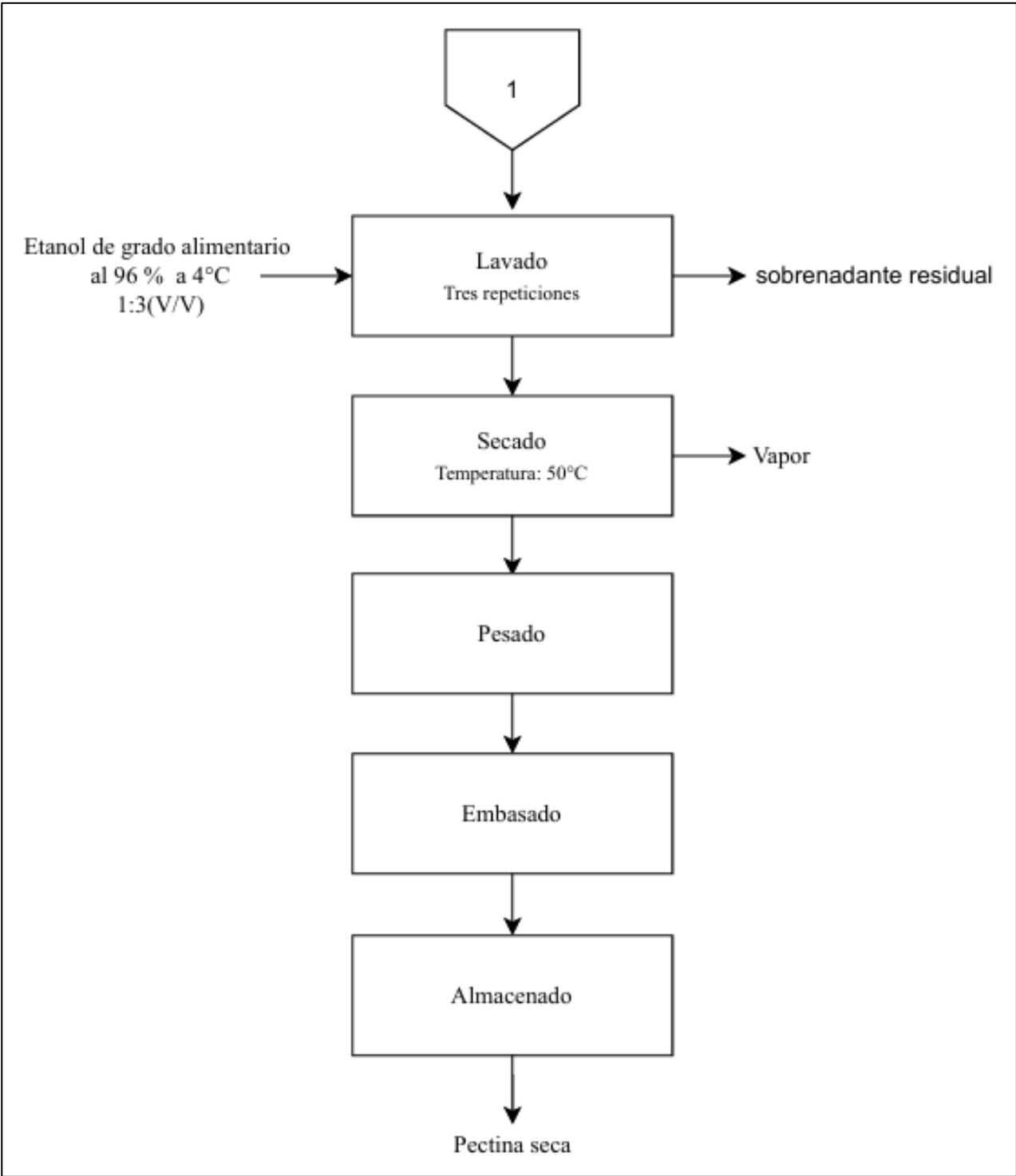
El procedimiento de la extracción de pectina se llevó a cabo de acuerdo con estudios realizados por Panwar et al. (2023), con ligeras modificaciones. El manejo específico de la fase experimental de esta investigación se centró en la valorización de los residuos industriales de cáscara de cítricos. Para ello, se emplea un proceso con baño ultrasónico para la extracción eficiente de pectina. Las cáscaras serán sometidas a diferentes condiciones de ultrasonido, con variaciones en los valores de las variables independientes con el objetivo de optimizar el rendimiento de extracción. Además, se implementaron controles rigurosos para asegurar la reproducibilidad de los resultados.

3.8.1 Diagrama de flujo del proceso

Figura 6.

Diagrama de bloques para la extracción de pectina por baño ultrasónico





3.8.2 Descripción del proceso experimental

A continuación, se detalla el procedimiento de la fase experimental para la extracción de pectina a partir de harina de cáscaras de residuos de limón, con el fin de asegurar la reproducibilidad del proceso.

Pesaje y toma de muestra: Una vez obtenida la harina a partir de residuos de cáscaras de limón, se pesa el contenido total de materia prima que ingresará al proceso de extracción; en este caso, serán 10 g por tratamiento, con el objetivo de relacionar los reactivos, las soluciones y el rendimiento productivo.

Acondicionamiento del baño ultrasónico: Se acondicionará el baño ultrasónico, ajustando adecuadamente la amplitud, temperatura y tiempo necesarios para la extracción:

- Amplitud: Se determina la potencia en porcentaje.
- Temperatura: Se establece la temperatura óptima (°C).
- Tiempo: Se determina el tiempo de acondicionamiento (en minutos).

Extracción por ultrasonido: La muestra se sometió a un baño ultrasónico en frascos Schott de 250 ml con una solución acuosa en proporción 1:15 (m/v); en este caso, se utilizaron 10 g de harina de residuos limón con 150 ml de agua destilada. Posteriormente, el pH se ajustó de manera individual, considerando el tipo de ácido y su concentración molar, para favorecer la extracción de pectina.

Filtrado: Después del proceso de extracción, se filtrará la solución acuosa utilizando papel de filtro estándar para separar los sólidos de la fase líquida.

Precipitación con etanol: El extracto acuoso acidificado se mezcló con etanol de grado alimenticio al 96% (v/v) en una proporción 1:1 (v/v), bajo agitación constante. Después, la mezcla se mantuvo en refrigeración (4 ± 1 °C) durante 24 h para completar la precipitación de la pectina.

Centrifugado y lavado: Para el lavado de la suspensión del precipitado de pectina se empleó una centrífuga HERMLE Z 206 A, operada a 5900 rpm, correspondiente a una fuerza centrífuga relativa (RCF) aproximada de $4280 \times g$ durante 25 minutos. En esta etapa se produce la separación y liberación del sobrenadante. El precipitado obtenido se resuspendió con etanol al 96% en una proporción 1:3 (v/v), este procedimiento se repitió tres veces, eliminando impurezas y el sobrenadante residual.

Secado: Al completar los tres lavados, el precipitado se colocó en cajas Petri para ser secado en la estufa a 50°C hasta peso constante. Este proceso se llevó a cabo en condiciones controladas, y la duración dependió del nivel de humedad presente en la pectina, con un rango estimado entre 20 y 24 horas.

Pesado: Se realiza el pesaje para determinar el peso constante y calcular el rendimiento productivo.

Envasado y almacenamiento: Finalmente, la pectina en polvo se envasó en fundas herméticas y se pasó a ser almacenado adecuadamente para evitar la filtración de humedad.

CAPITULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Caracterización de la materia prima empleada para la extracción de pectina

La caracterización proximal de los residuos cítricos constituyó un punto de partida esencial para determinar su idoneidad como materia prima para la obtención de la pectina. Este análisis permitió identificar los principales componentes de la cáscara de limón y proporcionó información clave sobre su composición química y su potencial de aprovechamiento en procesos de extracción sustentables.

Tabla 10.

Resultados del análisis de la materia prima

Parámetros analizados	Unidad	Valor ¹
Índice de madurez	%	3.22 ± 0.04
Cenizas	%	4.99 ± 0.74
Materia seca	%	90.45 ± 0.10
Humedad	%	80.03 ± 0.14
Materia orgánica	%	95.01 ± 0.74

¹ media ± desviación estándar (n = 3)

El índice de madurez determinado para el limón Meyer (*Citrus Meyeri Y. Tan*) fue de 3.15% mientras que la normativa ecuatoriana NTE INEN 1757 establece un valor referencial de 3.13% para este fruto. La diferencia de 0.03 puntos porcentuales indica que los frutos analizados se encuentran en estado de maduración “pintón”, lo cual es consistente con la clasificación oficial. Este estado de desarrollo es relevante porque conserva un contenido significativo de sustancias pécticas y compuestos bioactivos, lo que favorece su aprovechamiento en procesos de extracción de pectinas (Polanco-Lugo et al., 2019).

El contenido de humedad fue de 80.03 ± 0.14 %, ligeramente superior al 77.67 ± 0.57 % registrado por Akachat et al. (2025), lo que reafirma la necesidad de un manejo cuidadoso para evitar la degradación microbiológica durante el almacenamiento.

El contenido de cenizas fue de 4.99 ± 0.74 %, valor superior al 3.13 ± 0.12 % informado por Akachat et al. (2025) y al 3.22 % reportado por Bouhadi et al. (2016), lo que podría reflejar diferencias en la variedad de limón o en las condiciones de cultivo y procesamiento. La materia orgánica alcanzó un valor de 95.01 ± 0.74 %, lo que indica una alta proporción de componentes como carbohidratos, proteínas y lípidos, en concordancia con lo señalado por Wedamulla et al. (2022), quienes destacan la relevancia de estos compuestos para la calidad funcional de las cáscaras cítricas.

Finalmente, el contenido de materia seca fue de 90.45 ± 0.10 %, valor que seMarey & Shoughy (2016)rango reportado por Marey & Shoughy (2016) y Salma et al. (2012) quienes documentaron valores entre 92.5 % y 95.3 % respectivamente en cáscaras de cítricos. Esta consistencia respalda la confiabilidad de las mediciones realizadas y confirma la adecuación de la cáscara de limón como fuente potencial para la extracción de biopolímeros como la pectina.

4.2 Optimización de las variables de extracción de pectina

Los valores obtenidos a través de la aleatorización de los factores para la extracción de pectina se encuentran en la Tabla 11.

Tabla 11.*Resultados de tratamientos*

Tratamiento	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Amplitud (%)	pH	Solución de ajuste	Rendimiento
1	50	40	70	3	1 N_HCl	1.65
2	50	20	50	3	3 M_Citric Acid	1.88
3	40	40	50	3	1 N_HCl	1.82
4	60	40	90	3	3 M_Citric Acid	2.06
5	50	20	50	3	1 N_HCl	1.89
6	40	40	90	3	3 M_Citric Acid	1.09
7	50	60	70	2	1 N_HCl	5.92
8	60	40	70	2	1 N_HCl	5.91
9	40	60	70	3	3 M_Citric Acid	1.5
10	50	20	90	3	1 N_HCl	1.87
11	50	40	70	3	1 N_HCl	1.32
12	60	40	70	2	3 M_Citric Acid	9.2
13	40	20	70	3	1 N_HCl	1.66
14	50	40	70	3	3 M_Citric Acid	1.63
15	40	40	70	2	1 N_HCl	8.9
16	50	40	50	2	3 M_Citric Acid	5.67
17	50	20	70	2	3 M_Citric Acid	5.16
18	50	40	70	3	3 M_Citric Acid	1.51
19	60	20	70	3	3 M_Citric Acid	2.11
20	40	40	50	3	3 M_Citric Acid	1.78
21	50	60	90	3	3 M_Citric Acid	2.1
22	50	40	90	2	3 M_Citric Acid	6.94
23	50	20	70	2	1 N_HCl	3.5
24	40	60	70	3	1 N_HCl	1.53
25	50	40	90	2	1 N_HCl	4.55
26	60	60	70	3	3 M_Citric Acid	2.9
27	50	60	90	3	1 N_HCl	2.03
28	50	40	50	2	1 N_HCl	4.41
29	50	60	50	3	1 N_HCl	2.06
30	50	40	70	3	3 M_Citric Acid	1.73
31	60	40	50	3	3 M_Citric Acid	2.38
32	40	40	70	2	3 M_Citric Acid	4.1
33	60	60	70	3	1 N_HCl	2.74
34	60	40	90	3	1 N_HCl	1.88
35	50	40	70	3	1 N_HCl	1.82
36	60	20	70	3	1 N_HCl	1.88
37	40	40	90	3	1 N_HCl	2.38
38	40	20	70	3	3 M_Citric Acid	1.58
39	50	20	90	3	3 M_Citric Acid	2.15
40	50	60	70	2	3 M_Citric Acid	8.42
41	60	40	50	3	1 N_HCl	2.23
42	50	60	50	3	3 M_Citric Acid	1.9
43	60	40	70	3	3 M_Citric Acid	2.09
44	60	40	70	3	1 N_HCl	3.22
45	50	20	70	3	3 M_Citric Acid	1.31
46	50	20	70	3	1 N_HCl	1.47

Los datos muestran que los rendimientos más altos de pectina se alcanzaron cuando se emplearon condiciones combinadas de pH 2, amplitudes superiores al 70% y tiempos prolongados (40–60 min), observándose valores destacados en los tratamientos 7, 12, 15, 22 y 40, con rendimientos entre 5.9- 9.2%. Aunque estos valores son inferiores a los reportados en estudios optimizados, mantienen la tendencia estadística señalada por Panwar et al. (2023), quienes demostraron que el tiempo y la amplitud son los factores con mayor significancia en la extracción asistida por ultrasonido.

La influencia del tipo de ácido también mostró diferencias significativas. De acuerdo con Akachat et al. (2025), quienes reportaron que el HCl puede alcanzar rendimientos superiores al 40% si se optimizan simultáneamente el pH, el tiempo y la temperatura, aunque el ácido orgánico también presenta ventajas estructurales, aun con rendimientos menores en configuraciones no optimizadas.

Los resultados obtenidos confirman que el pH es un factor crítico en el rendimiento. En condiciones cercanas a pH 4, los valores fueron inferiores al 2%, mientras que a pH 2 y 3 con HCl 1 N y ácido cítrico 3 M se observaron rendimientos superiores. Este comportamiento coincide con lo descrito por Panwar et al. (2023), quienes señalaron que al disminuir la acidez se reduce la eficiencia de extracción, debido a la fragmentación del polímero en azúcares más pequeños que tienden a precipitar, limitando así la liberación de pectina.”

4.3 Análisis gráfico y estadístico del modelo de rendimiento de pectina

Los resultados del análisis de varianza revelan que tanto la temperatura, tiempo y el pH ejercen un efecto estadísticamente significativo, ya que ambos valores de p son inferiores a 0.05.

Tabla 12.*Análisis de varianza del modelo lineal reducido para el rendimiento*

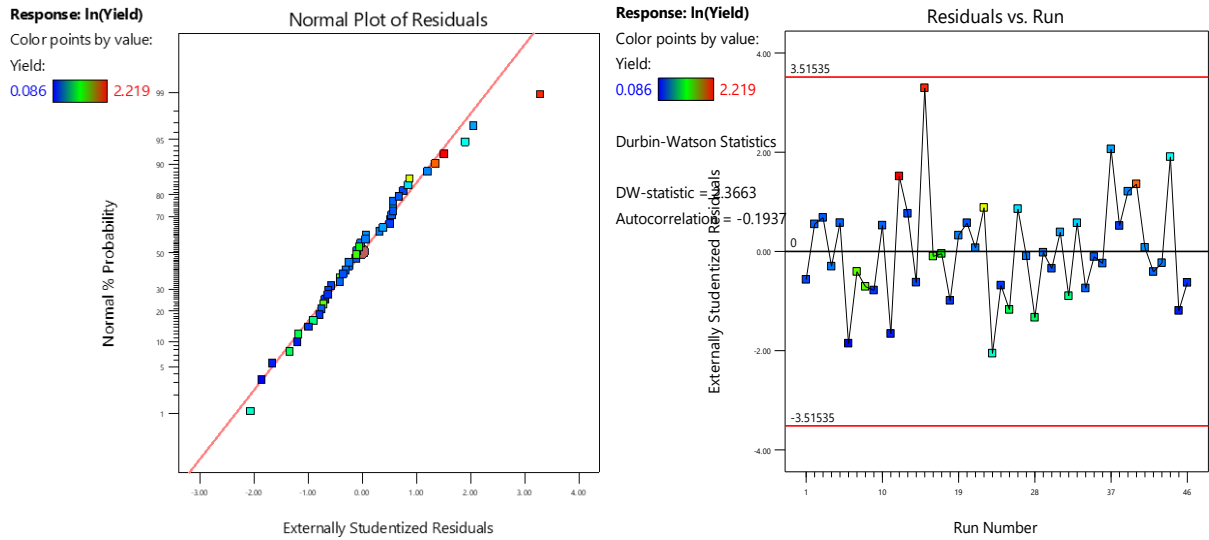
Fuente	Suma de cuadrados	Df	Cuadrado medio	Valor F	p-valor	
Modelo	12.17	3	4.06	87.81	<0.0001	Significativo
A-Temperatura	0.5897	1	0.5897	12.77	0.0009	
B – Tiempo	0.2434	1	0.2434	5.27	0.0268	
D – pH	1.37	1	1.37	246.10	0.0001	
Residuo	1.94	42	0.0462			
Falta de ajuste	1.88	38	0.0494	3.11	0.1381	no significativo
Error puro	0.0635	4	0.0159			
Total corregido	14.11	45				

Estadístico de ajuste

Desv. Est	0.2149	R²	0.8625
Media	0.9201	R² ajustado	0.8527
C.V. (%)	23.36	R² predicho	0.8315
		Adeq Precisión:	24.7325

Figura 7.

Análisis del modelo de las respuestas para el rendimiento de la extracción de pectina



(a)

(b)



(c)

(d)

a) Gráfico de probabilidad normal de los residuos asociado al modelo de rendimiento b) Distribución t de Student de los residuos externamente estudentizados c) Correspondencia entre valores observados y predichos del rendimiento d) Gráfico de Box-Cox para la determinación de la transformación óptima (λ) y estabilización de la varianza

El gráfico de probabilidad normal (a) mostró que los residuos siguen una distribución cercana a la normal, lo que respalda la significancia estadística ($p < 0.05$) de los factores pH, temperatura y tiempo reportados en el ANOVA Montgomery (2017).

El análisis de los residuos frente a los valores ajustados (b) confirmó la presencia de homocedasticidad, ya que la varianza se mantuvo constante y el modelo lineal transformado representó adecuadamente las relaciones sin necesidad de incorporar términos adicionales (Jensen, 2017).

Asimismo, se observó una asociación significativa entre los valores experimentales y los estimados (c), reflejada en un coeficiente de determinación ajustado ($R^2_{adj}=0.8527$). Los resultados confirmaron la capacidad predictiva del modelo, lo que permitió alcanzar una optimización estable. Los valores obtenidos en la validación experimental se mantuvieron dentro del intervalo de predicción al 95 %.

El análisis mediante el gráfico de Box-Cox (d) respaldó la transformación aplicada a la variable de respuesta, con un valor óptimo de $\lambda=-0.5$. Esta modificación corrigió la falta de normalidad y estabilizó la varianza, reforzando la validez del modelo (Jensen, 2017).

Las restricciones establecidas para el modelo de optimización de la extracción de pectina se presentan en la Tabla 13.

Tabla 13.
Restricciones para soluciones de optimización de modelo.

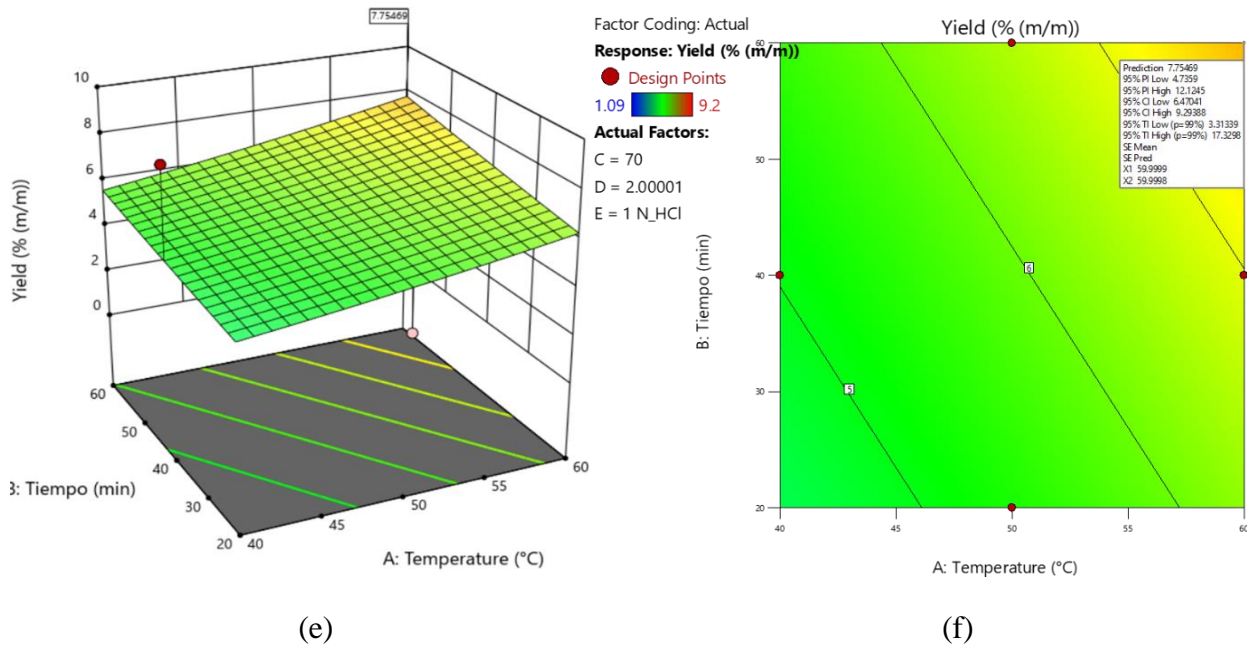
Factor	Objetivo	Límite inferior	Límite superior	Peso inferior	Peso superior	Importancia
T:Temperatura	Dentro del rango	40.0 °C	60.0 °C	1.0	1.0	3
t:Tiempo	Dentro del rango	20.0 min	60.0 min	1.0	1.0	3
A:Amplitud	Igual a 70 %	50.0 %	90.0 %	1.0	1.0	3
C:pH	Dentro del rango	2.0	4.0	1.0	1.0	3
Solución de ajuste	Igual a tipo	1 N HCl	3 M Ácido cítrico	1.0	1.0	3
Rendimiento	Maximizar	1.1 %	9.2 %	1.0	1.0	5

Estos parámetros constituyen la base para generar soluciones de optimización y evaluar la influencia de cada variable en el proceso.

Por otro para, las gráficas representadas en la Figura 8 sobre modelos ajustados mediante la metodología de superficie de respuesta permitió interpretar la influencia de las variables experimentales sobre el rendimiento de extracción de pectina. En este estudio se emplearon la temperatura y el tiempo como factores principales, mientras que la amplitud (C) y el pH (D) se mantuvieron constantes, con el objetivo de identificar las condiciones óptimas de operación.

Figura 8.

Superficie de respuesta del rendimiento de extracción de pectina en función de la temperatura y el tiempo



(e)

(f)

e) Grafica de superficie de respuesta f) Grafica de contorno

La gráfica tridimensional (3D) de superficie de respuesta permitió visualizar de manera precisa la interacción que existe entre la temperatura y el tiempo sobre el rendimiento de extracción de pectina. Se observa una superficie ascendente que alcanza su punto máximo en la zona de 60 °C y 60 minutos (en el rango estudiado), con un rendimiento estimado de 7,55 % m/m. Este resultado confirma que dichas condiciones son óptimas para maximizar la eficiencia del proceso, y coincide con lo reportado en el análisis de varianza, donde tanto la temperatura como el tiempo fueron significativos, aunque el pH se destacó como el factor más influyente.

La gráfica bidimensional (2D) de contorno complementa la interpretación del modelo al delimitar las zonas de mayor rendimiento mediante gradientes de color. Los valores más altos se localizaron en la región correspondiente a 60 °C y 60 minutos, con un intervalo de confianza del 95 % entre 7,29 y 7,81, lo que respalda la precisión del ajuste.

Tendencias similares fueron reportadas por Duwee et al. (2022), quienes aplicaron la metodología de superficie de respuesta para optimizar la extracción de pectina. En su estudio se determinó que el rendimiento aumentaba significativamente cuando la temperatura de extracción se elevaba de 60 a 90 °C, acompañado de una disminución del pH, manteniendo constante el tiempo de extracción en 60 minutos.

Las soluciones generadas por el modelo de optimización, considerando las restricciones establecidas, se presentan en la Tabla 14. En ella se incluyen tres combinaciones de variables que maximizan el rendimiento, destacando la primera por su mayor estabilidad.

Tabla 14.

Condiciones óptimas de extracción estimadas por el modelo de optimización

Número	Temp (°C)	Tiem (min)	Ampl (%)	pH	Sol.A	Yield (%)	Deseabilidad
1	60.000	60.000	70.000	2.0	1 N HCl	7.755	0.909
2	59.999	59.785	70.000	2.0	1 N HCl	7.750	0.909
3	59.999	60.000	70.000	2.0	1 N HCl	7.745	0.908

El resumen de los resultados de la validación experimental realizada bajo las condiciones óptimas predichas por el modelo se presenta en la Tabla 15.

Tabla 15.

Resultados de las réplicas realizadas bajo condiciones óptimas de extracción

Número	Temp (°C)	Tiem (min)	Amp (%)	pH	Sol.A	Yield (%)
1	60.00	60.00	70.00	2.0	1 N HCl	7.17
2	60.00	60.00	70.00	2.0	1 N HCl	8.03
3	60.00	60.00	70.00	2.0	1 N HCl	6.70

Los resultados obtenidos al realizar los tratamientos de confirmación se acercan a los valores pronosticados en la Tabla 14.

En el proceso de optimización de la extracción de pectina, la media aritmética del rendimiento se muestra en la Tabla 16. Este resultado respalda la validez y confiabilidad del modelo para estimar el rendimiento bajo condiciones optimizadas.

Tabla 16.

Validación experimental del modelo de predicción del rendimiento

Analysis	Predicted Mean	Predicted Median	Obs.	Std Dev	N	SE Pred	95% PI low	Data Mean	95% PI high
Yield	7.75479	7.57772	3	1.68621	3	N/A	5.56327	7.28071	10.3216

El intervalo de predicción al 95% fue de 5.56% a 10.32%, lo que sugiere que, bajo las condiciones evaluadas, futuras extracciones probablemente se situarán en este rango, garantizando la confiabilidad y la repetibilidad técnica.

4.4 Evaluación de las características fisicoquímicas de la pectina extraída

Tabla 17.

Análisis fisicoquímico de la pectina extraída

Parámetros analizados	Unidad	Valor ¹
Cenizas	%	4.25 ± 0.16
Humedad	%	8.12 ± 0.99
Grado de esterificación	%	81.49 ± 0,24
Peso equivalente	g/eq	987.45 ± 3.01
Acidez libre	meq/g	1.01 ± 0.03
Contenido de metoxilo	%	9.88 ± 0.09
Contenido de ácido anhidrouónico.	%	74.86 ± 0.41

¹ media ± desviación estándar (n = 3)

4.4.1 Cenizas

El contenido de cenizas de la pectina extraída con EAU se estableció en $4.25\% \pm 0.16\%$. Este valor, que cuantifica el residuo mineral inorgánico, supera al reportado por Panwar et al. (2023) para una pectina comercial ($3.10\% \pm 0.13\%$). No obstante, ambos resultados se encuentran muy por debajo del límite máximo del 10% recomendado para pectinas de grado alimenticio (Nguyen & Pirak, 2019), lo que confirma que la pectina obtenida cumple con el estándar básico de pureza mineral requerido.

4.4.2 Humedad

Luego del proceso de secado, se obtuvo una humedad de $8.12 \pm 0.99\%$. Estudios realizados por la *International Pectin Producer Association* (IPPA, 2014) y la *Food and Agriculture Organization of the United Nation* (FAO, 2008) sugieren un nivel máximo de humedad del 12%. Dado que la pectina es muy higroscópica, se debe considerar que un alto contenido de humedad podría favorecer el crecimiento de microorganismos y la producción de enzimas pectinasas, lo que puede afectar la calidad de la pectina (Akhter et al., 2024)

4.4.3 Grado de esterificación

El grado de esterificación (GE) de la pectina obtenida fue de $81.49 \pm 0.24\%$, lo que permite clasificarla como pectina de alto metoxilo. Este valor es superior al reportado en investigaciones previas. Panwar et al. (2023) informaron un GE de $59.71 \pm 0.12\%$ y para PC de $55.29 \pm 0.51\%$ para pectina extraída de cáscara cítricos mediante EAU, atribuyendo estos menores valores a posibles procesos de desesterificación inducidos por la acción mecánica y térmica asociada a variaciones en el tratamiento ultrasónico.

De manera complementaria, el análisis espectrofotométrico mediante FTIR confirmó que el grado de esterificación (GE) de la muestra supera el 50%. Este resultado se relaciona con la

mayor intensidad relativa del pico correspondiente a los grupos éster ($\sim 1740\text{ cm}^{-1}$) en comparación con el asociado a los grupos carboxilato ($\sim 1600\text{ cm}^{-1}$), lo que respalda la coherencia con el valor obtenido por el método de titulación.

Por otra parte, Forouhar et al. (2023) destacan que el grado de esterificación está condicionado tanto por la naturaleza de la fuente vegetal como por las variables de extracción aplicadas, entre ellas el tipo de tratamiento, el pH, la temperatura y el tiempo de proceso. Estos factores pueden influir de manera significativa en la preservación de los grupos metoxilo presentes en la pectina.

4.4.4 Peso equivalente y acidez libre

Los resultados del análisis fisicoquímico indican que la pectina extraída presenta un peso equivalente (PE) de $987.45 \pm 3.01\text{ g/eq}$. Este valor se sitúa dentro del intervalo reportado para pectinas comerciales, entre el valor inferior de 619.98 g/eq documentado por Panwar et al. (2023) y el superior de 1297.38 g/eq determinado por Martínez (2022). La cercanía a estos referentes sugiere que el polímero obtenido posee una integridad estructural comparable a la de productos estándar.

Con respecto a la acidez libre, se determinó un valor de $1.01 \pm 0.03\text{ meq/g}$. Este parámetro, cuantifica la concentración de grupos carboxílicos libres. De acuerdo con los estudios de Martínez (2022), existe una relación indirecta entre la acidez libre y el peso equivalente.

4.4.5 Contenido de metoxilo

En el presente estudio, el contenido de metoxilo de la pectina extraída fue de $9.88 \pm 0.09\%$. Este valor se encuentra dentro del rango característico de las pectinas de alto metoxilo (HM), que presentan un grado de esterificación superior al 50%.

Estudios de extracción de pectina de cítricos asistida por ultrasonido, como los de Polanco-Lugo et al. (2019), en su investigación, obtuvieron contenidos de MeO significativamente altos con un valor promedio de $11.74 \pm 0.03\%$. Aunque los parámetros de extracción difieren de los de esta investigación, nuestro valor también supera el límite mínimo comúnmente establecido para pectinas HM, lo que confirma la efectividad del proceso empleado. Además, el valor de 9.88% se sitúa dentro del rango 8–11% identificado por Akachat et al. (2025) para pectinas comerciales, lo que respalda su potencial uso en aplicaciones alimentarias que requieren geles de fraguado rápido.

De acuerdo con Panwar et al. (2023), el contenido de metoxilo ligeramente superior en la pectina extraída por ultrasonidos, en comparación con la pectina comercial, podría deberse al efecto de la potencia ultrasónica durante el proceso de extracción, ya que desempeña un papel importante en la degradación de los tejidos vegetales, lo que mejora los parámetros de calidad de la pectina extraída.

4.4.6 Contenido de ácido anhidrouónico (AUA)

La pureza y calidad de la pectina están directamente relacionadas con su contenido de ácido anhidrouónico (AUA), el componente estructural principal de la cadena polimérica. En este estudio, se cuantificó un contenido de AUA de $74.86 \pm 0.41\%$. De acuerdo con el *Food Chemical Codex* (FCC), la pectina para uso alimentario debe poseer un contenido mínimo de AUA del 65%. El valor obtenido no solo cumple, sino que supera de manera significativa el estándar regulatorio, lo que evidencia un alto grado de pureza y una presencia mínima de copolímeros, como hemicelulosas o celulosa, en la pectina extraída.

Los resultados respaldan la eficiencia del proceso de extracción y purificación aplicado. Al compararlos con estudios recientes que emplean tecnologías emergentes, se observa una correspondencia clara. Panwar et al. (2023) reportaron que la pectina obtenida mediante

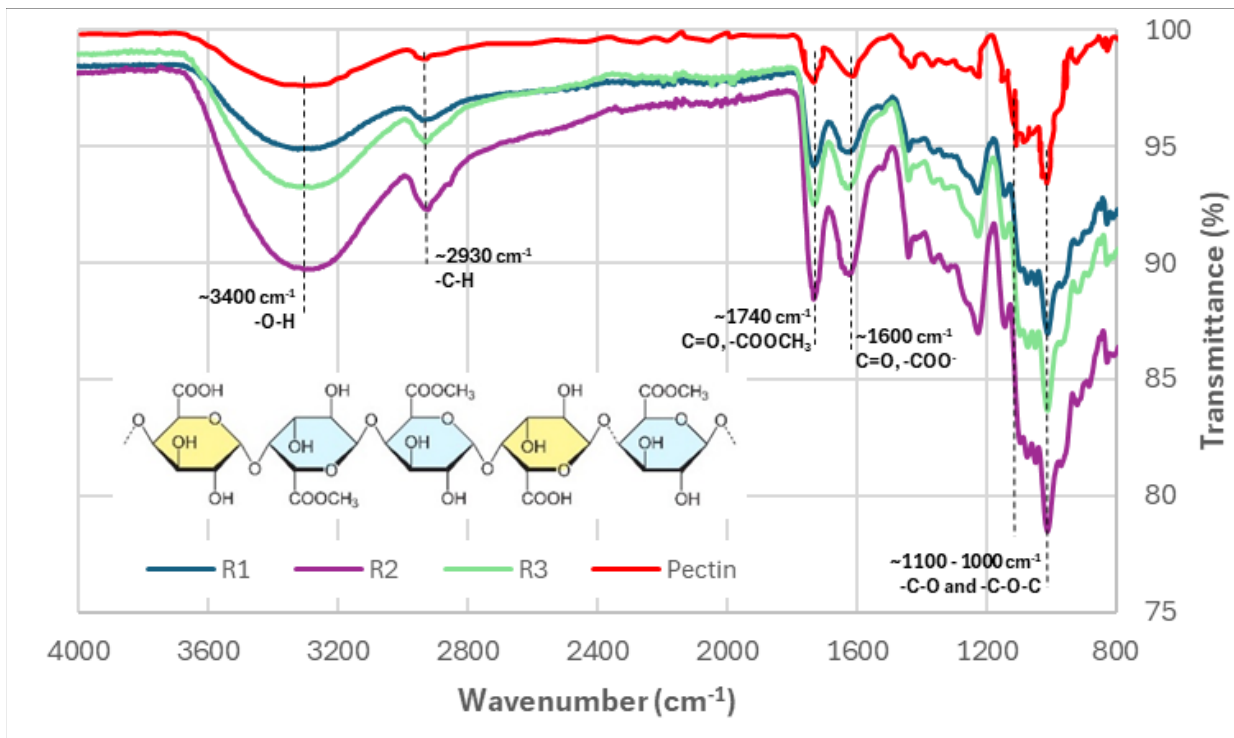
ultrasonido presentó un contenido de ácido anhidrourónico (AUA) cercano al 73 %, mientras que la pectina comercial alcanzó valores alrededor del 69 %. En este estudio, los valores obtenidos fueron similares a los reportados para el método asistido por ultrasonido y superiores a los de la pectina comercial. Esta coincidencia sugiere que el protocolo implementado alcanzó una eficiencia de extracción comparable a la de técnicas avanzadas, permitiendo recuperar fracciones de pectina con adecuada conservación de la cadena galacturonana.

4.4.7 Análisis espectroscópico FT-IR

El análisis espectrofotométrico FT-IR permitió identificar los grupos funcionales presentes en las muestras de pectina extraídas (R1, R2, R3) y compararlos con los de una pectina comercial.

Figura 9.

Análisis de espectros FT-IR de pectina comercial y réplicas de pectinas extraídas de cítricos



La gráfica representa los espectros de infrarrojo por transformada de Fourier correspondientes a réplicas de pectina extraída (R1,R2,R3) y a pectina comercial (Pectin), donde se observan las principales bandas de absorción asociadas a grupos funcionales característicos de la pectina.

El análisis de la posición e intensidad de las bandas en los espectros permitió identificar la presencia de pectina y evidenciar modificaciones estructurales asociadas a los diferentes métodos de extracción. Al comparar las muestras obtenidas mediante EAU y PC se observaron variaciones en las señales correspondientes a los grupos éster y carboxilo libres, lo que refleja cambios en el grado de esterificación y en la proporción de grupos ácidos presentes en cada tipo de pectina. Estas diferencias reflejan directamente la calidad del producto obtenido (Mugwagwa & Chimphango, 2019).

Tabla 18.

Asignación de bandas características en los espectros FT-IR de pectinas experimentales y pectina comercial

Longitud de onda (cm^{-1})	Grupo funcional	Tipo de vibración	Asignación estructural en la pegatina
~3400	-OH	Estiramiento	Grupos hidroxilo de polisacáridos y agua ligada
~2930	C-H	Estiramiento	Enlaces C-H alifáticos del esqueleto galacturónico
~1740	C=O(-COO ⁻ / COOH)	Estiramiento	Grupos carboxilo esterificados (metoxilo)
~1600	C=O(- COOCCH ₃)	Estiramiento	Grupos carboxilo no esterificados
1100-1000	C-O y C-O-C	Estiramiento	Enlaces glucosídicos del polisacárido

Todas las muestras mostraron bandas características de polisacáridos, destacando la señal en $\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ atribuida al estiramiento de enlaces -OH, lo que indica la presencia de grupos hidroxilo involucrados en enlaces de hidrógeno. La intensidad de la banda en confirma la afinidad de la pectina por el agua.

En la región $\sim 2930\text{ cm}^{-1}$ se identificó el estiramiento de enlaces C-H, característico de las cadenas alifáticas del ácido galacturónico. Las señales en $\sim 1740\text{ cm}^{-1}$ y $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ corresponden

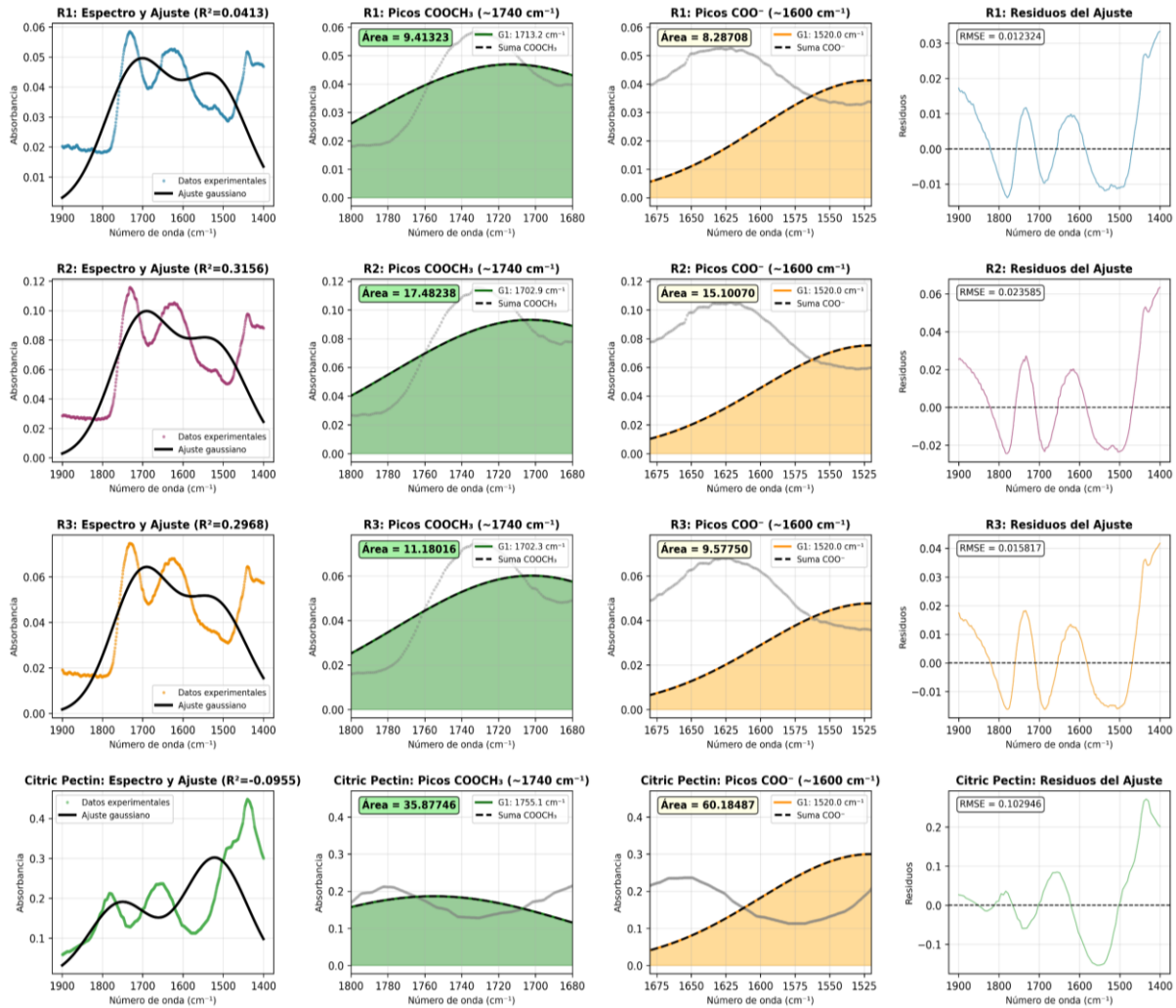
a grupos carbonilo de ésteres y carboxilatos, respectivamente; la mayor intensidad en $\sim 1740\text{ cm}^{-1}$ para las pectinas extraídas indica un grado de metoxilación superior.

En la región cercana a 2930 cm^{-1} se observó la banda de estiramiento de los enlaces C–H, característica de las cadenas alifáticas presentes en el ácido galacturónico. Las señales registradas alrededor de $\sim 1740\text{ cm}^{-1}$ y $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ se asociaron con los grupos carbonilo de ésteres y carboxilatos, respectivamente. La mayor intensidad de la banda en 1740 cm^{-1} en las pectinas extraídas refleja un grado de metoxilación elevado.

En la región de la huella dactilar ($\sim 1100\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$) se observaron patrones similares en todas las muestras, asociados a vibraciones C–O y C–O–C del esqueleto polisacárido. Estos resultados muestran que, pese a las variaciones en esterificación, la estructura fundamental del ácido galacturónico se conserva tras la extracción. En conjunto, los resultados de FTIR demuestran que el proceso de extracción ácida permitió obtener pectinas estructuralmente comparables a la comercial (Mantilla Mantilla, 2020).

Figura 10.

Análisis FT-IR con deconvolución gaussiana de las bandas.



El análisis de espectros FT-IR con deconvolución gaussiana permitió identificar las bandas características asociadas a los grupos funcionales de la pectina en todas las muestras (R1, R2, R3 y pectina cítrica comercial). Se observó de forma consistente una banda alrededor de 1740 cm⁻¹, atribuida al estiramiento de los grupos carbonilo en ésteres metílicos de pectina (-COOCH₃), y otra banda entre 1600 cm⁻¹, asociada al estiramiento de los grupos carboxilato libres (-COO⁻). Este patrón de absorción es característico de las pectinas, en las que la proporción relativa de estas dos señales puede emplearse para estimar el grado de esterificación.

Tabla 19.

Comparación de los resultados del %DE y % DM obtenidos por titulación potenciométrica y análisis FTIR

Muestra	%DE por TP- Ecuación 11	%DE por FT-IR- Ecuación 17	%DM por FT-IR- Ecuación 16
Pectina extraída	81.49 ± 0.2	79.21 ± 0.63	64.6 ± 0.6

± Desviación estándar n=3

Si bien existe una proximidad numérica entre los valores de GE obtenidos por ambos métodos (81.49% vs. 79.21%), la discrepancia más notable se observa al comparar el %DM calculado por FT-IR (64.6%) con el %DM implícito esperado para un GE de ~81%. Esta falta de coherencia directa entre los valores absolutos de DM/GE de ambos métodos ha sido documentada en investigaciones previas. Según estudios realizados por Valencia (2019), señaló que las ecuaciones de calibración FT-IR (a menudo son desarrolladas para pectinas con perfiles específicos de peso molecular, y pueden no ser universalmente aplicables a todas las muestras). Aunque los valores realizados por FT-IR no son similares con los resultados obtenidos por titulación, muestran una tendencia similar, lo que valida el uso de FT-IR como una herramienta comparativa y de caracterización estructural cualitativa y semicuantitativa.

CAPITULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

Se caracterizó la materia prima (cáscara de limón Meyer), determinando valores que confirman su idoneidad como fuente viable para la extracción de pectina, al encontrarse dentro de rangos reportados en la literatura para residuos cítricos.

Se establecieron los parámetros óptimos para la extracción de pectina asistida por ultrasonido, identificando que la combinación de temperatura, tiempo, amplitud , pH y el uso de HCl 1N como agente acidulante maximiza el rendimiento, lo cual fue validado mediante un modelo de superficie de respuesta con alta confiabilidad predictiva.

Se analizaron las propiedades fisicoquímicas de la pectina obtenida, clasificándola como pectina de alto metoxilo, con una calidad comparable a la de productos comerciales y acorde con los estándares internacionales vigentes.

5.2 Recomendaciones

Se recomienda realizar ensayos ampliando los rangos de temperatura y disminuir el pH con respecto a los valores previamente estudiados, con el fin de explorar condiciones más diversas de extracción.

Se sugiere extender el análisis hacia otras especies de cítricos y subproductos agroindustriales disponibles en la región (por ejemplo, cáscaras de naranja, mandarina o maracuyá). Esta comparación permitiría analizar diferencias en rendimiento y calidad de la pectina, además de valorar la viabilidad económica.

Es aconsejable realizar ensayos de escalamiento piloto que validen la reproducibilidad del proceso en volúmenes mayores, optimicen el consumo energético y permitan comparar la rentabilidad del método de extracción asistido por ultrasonido frente a técnicas convencionales.

Se considera pertinente profundizar en la caracterización funcional de la pectina, mediante análisis reológicos, pruebas de capacidad gelificante y estudios de estabilidad en matrices alimentarias, así como explorar su potencial en aplicaciones no alimentarias.

REFERENCIAS

- Aina, V. O., Barau, M. M., Mamman, O. A., Zakari, A., Haruna, H., Umar, M. S. H., & Abba, Y. B. (2012). Extraction and Characterization of Pectin from Peels of Lemon (*Citrus limon*), Grape Fruit (*Citrus paradisi*) and Sweet Orange (*Citrus sinensis*). *British Journal of Pharmacology and Toxicology*, 3(6), 259–262. Article/Detail?docID=20442467-201212-201507070031-201507070031-259-262
- Akachat, B., Himed, L., Salah, M., D'Elia, M., Zomorroda, S., Ali, R., Rastrelli, L., & Barkat, M. (2025). Optimization of pectin extraction from lemon peels using hydrochloric acid and response surface methodology. *Applied Food Research*, 5(1), 100948. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.afres.2025.100948>
- Akhter, Most. J., Sarkar, S., Sharmin, T., & Mondal, S. C. (2024). Extraction of pectin from powdered citrus peels using various acids: An analysis contrasting orange with lime. *Applied Food Research*, 4(2), 100614. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.afres.2024.100614>
- Association of Official Analytical Chemists. (1990). *Official method 923.03: Ash of flour (direct method)*. In *Official methods of analysis of AOAC International (15th ed.)*. Arlington. <https://es.scribd.com/document/653002786/M923-03-Ceniza>
- Benmebarek, I. E., González-Serrano, D. J., Bechtner, J. D., Galindo, J. M., Martínez, M. M., Sánchez-Verdú, M. P., Khalid, W., & Moreno, A. (2025). Microwave-assisted subcritical water extraction of low methoxyl pectin from pistachio industry waste: Optimization, characterization, emulsification, and gelation mechanism. *Carbohydrate Polymers*, 368. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2025.124107>
- Benmebarek, I. E., Maqsood, S., Khalid, W., Navaf, M., Rasool, I. F. U., Moreno, A., & Esatbeyoglu, T. (2025). Valorization of agro-industrial waste to produce low-methoxyl pectin and its activation towards more sustainable applications and circular economy. *International Journal of Biological Macromolecules*, 320. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.145953>
- Bouhadi, N., Nouani, A., Benmalek, N., Benchabane, A., & History, A. (2016). Valorisation des sous produits d'agrumes : production d'enzymes pectinolytiques par bioconversion. *Algerian Journal of Environmental Science and Technology*, 2(1). <https://www.aljest.net/index.php/aljest/article/view/168>
- Chandel, V., Biswas, D., Roy, S., Vaidya, D., Verma, A., & Gupta, A. (2022). Current Advancements in Pectin: Extraction, Properties and Multifunctional Applications. *Foods*, 11(17). <https://doi.org/10.3390/foods11172683>

- Chandrasekar, C. M., Carullo, D., Saitta, F., Krishnamachari, H., Bellesia, T., Nespoli, L., Caneva, E., Baschieri, C., Signorelli, M., Barbiroli, A. G., Fessas, D., Farris, S., & Romano, D. (2024). Valorization of citrus peel industrial wastes for facile extraction of extractives, pectin, and cellulose nanocrystals through ultrasonication: An in-depth investigation. *Carbohydrate Polymers*, 344. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122539>
- Chen, T.-T., Zhang, Z.-H., Wang, Z.-W., Chen, Z.-L., Ma, H., & Yan, J.-K. (2021). Effects of ultrasound modification at different frequency modes on physicochemical, structural, functional, and biological properties of citrus pectin. *Food Hydrocolloids*, 113. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106484>
- Cui, R., & Zhu, F. (2021). Ultrasound modified polysaccharides: A review of structure, physicochemical properties, biological activities and food applications. *Trends in Food Science and Technology*, 107, 491–508. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.11.018>
- Diez, A. (2021). *Obtención de pectina mediante extracción asistida por microondas* [Trabajo de grado, Universidad de Valladolid]. <https://uvadoc.uva.es/handle/10324/47728>
- Food and Agriculture Organization of the United Nation. (2008). *Pectins. Specifications prepared at the 69th JECFA (2008)*. (FAO). <https://www.fao.org/food/food-safety-quality/scientific-advice/jecfa/jecfa-additives/detail/es/c/419/>
- Forouhar, A., Hamdami, N., Djelveh, G., Gardarin, C., Pierre, G., Ursu, A. V., & Michaud, P. (2023). The Effect of Ultrasound Pretreatment on Pectin Extraction from Watermelon Rind Using Microwave-Assisted Extraction. *Applied Sciences*, 13(9), 5558. <https://doi.org/10.3390/app13095558>
- Franco, I. (2022). *Obtención de pectina a partir de la cáscara de pepino (Cucumis sativus) mediante hidrólisis ácida como aprovechamiento de residuos hortícolas* [Tesis pregrado, Universidad Agraria del Ecuador]. <https://cia.uagraria.edu.ec/Archivos/Franco%20Carvache%20Ivonne%20Moly.pdf>
- Fuertes, M., & Unaicho, A. (2024). *Comparación de la extracción de pectina mediante hidrólisis ácida y enzimática a partir del albedo de limón Meyer (Citrus lemon) para la elaboración de una mermelada de ají con maracuyá*. <http://repositorio.upec.edu.ec/handle/123456789/2470>
- García-García, P. M., Galindo-Alcántara, A., Ruiz-Acosta, S. del C., García-García, P. M., Galindo-Alcántara, A., & Ruiz-Acosta, S. del C. (2023). Métodos de extracción de pectina en frutos: Revisión sistemática. *Ecosistemas y recursos agropecuarios*, 10(SPE3). <https://doi.org/10.19136/ERA.A10NIII.3728>

- Gerschenson, L. N., Fissore, E. N., Rojas, A. M., Idrovo Encalada, A. M., Zukowski, E. F., & Higuera Coelho, R. A. (2021). Pectins obtained by ultrasound from agroindustrial by-products. *Food Hydrocolloids*, *118*. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106799>
- Guerrero Arregui, S. S., & Moreno Almeida, R. A. (2024). Diseño del proceso para la extracción de pectina a partir del tratamiento de desechos provenientes de la industria agrícola. *ESPOL. FCNM*.
- Gurev, A., Cesko, T., Dragancea, V., Ghendov-Mosanu, A., Pintea, A., & Sturza, R. (2023). Ultrasound- and Microwave-Assisted Extraction of Pectin from Apple Pomace and Its Effect on the Quality of Fruit Bars. *Foods*, *12*(14). <https://doi.org/10.3390/foods12142773>
- Hossain, M. M., Ara, R., Yasmin, F., Suchi, M., & Zzaman, W. (2024). Microwave and ultrasound assisted extraction techniques with citric acid of pectin from Pomelo (*Citrus maxima*) peel. *Measurement: Food*, *13*. <https://doi.org/10.1016/j.meafoo.2024.100135>
- Huablocho, J. A. A., Montoya, E. F. N., & Matias, P. M. R. (2024). Extracción de pectina a partir de la cáscara de cacao y su caracterización mediante análisis de FT-IR. *TECNIA*, *34*(1), 42–50. <https://doi.org/10.21754/TECNIA.V34I1.2113>
- Instituto de Salud Pública de Chile. (2009). *Determinación de humedad en alimentos: Método de estufa universal y/o estufa de vacío (ME-711.02-023, versión 3, actualización 2015)*. Santiago, Chile: Ministerio de Salud, Gobierno de Chile. <https://es.scribd.com/document/520429977/Determinacion-de-humedad>
- Instituto Ecuatoriano de Normalización. (2012). *NTE INEN 1757: Frutas frescas. Limón Meyer. Requisitos. Quito, Ecuador: INEN*. <https://es.scribd.com/document/759059581/n-te-inen-1757-2>
- Instituto Ecuatoriano de Normalización. (2013). *Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN-ISO 750:2013. Productos vegetales y de frutas – Determinación de la acidez titulable (IDT)*. <https://es.scribd.com/document/963655463/750>
- Israel, K. A. T. C., Amian, J. F. R., Garibay, Z. J. S., Leyeza, V. E. B., & Sarte, A. J. T. (2019). A Comparative Study On Characteristics Of Pectins From Various Fruit Peel Wastes Extracted Using Acid And Microbial Enzymes. *Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences*, *9*(2), 216–221. <https://doi.org/10.15414/jmbfs.2019.9.2.216-221>
- Jankovic, A., Chaudhary, G., & Goia, F. (2021). Designing the design of experiments (DOE) – An investigation on the influence of different factorial designs on the characterization of complex systems. *Energy and Buildings*, *250*, 111298. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2021.111298>

- Jarrín-Chacón, J. P., Núñez-Pérez, J., Espín-Valladares, R. D. C., Manosalvas-Quiroz, L. A., Rodríguez-Cabrera, H. M., & Pais-Chanfrau, J. M. (2023). Pectin Extraction from Residues of the Cocoa Fruit (*Theobroma cacao* L.) by Different Organic Acids: A Comparative Study. *Foods*, *12*(3). <https://doi.org/10.3390/foods12030590>
- Jensen, W. A. (2017). Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments 4th edition. *Journal of Quality Technology*, *49*(2), 186–188. <https://doi.org/10.1080/00224065.2017.11917988>
- Karbuş, P., & Tugrul, N. (2021). Microwave and ultrasound assisted extraction of pectin from various fruits peel. *Journal of Food Science and Technology*, *58*(2), 641–650. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04578-0>
- Khamsucharit, P., Laohaphatanalert, K., Gavinlertvatana, P., Sriroth, K., & Sangseethong, K. (2018). Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties. *Food Science and Biotechnology*, *27*(3), 623–629. <https://doi.org/10.1007/s10068-017-0302-0>
- Kumar, K., Srivastav, S., & Sharanagat, V. S. (2021). Ultrasound assisted extraction (UAE) of bioactive compounds from fruit and vegetable processing by-products: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, *70*, 105325. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105325>
- Kumar, S., Konwar, J., Purkayastha, M. D., Kalita, S., Mukherjee, A., & Dutta, J. (2023). Current progress in valorization of food processing waste and by-products for pectin extraction. *International Journal of Biological Macromolecules*, *239*. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124332>
- Li, H., Li, Z., Wang, P., Liu, Z., An, L., Zhang, X., Xie, Z., Wang, Y., Li, X., & Gao, W. (2024). Evaluation of citrus pectin extraction methods: Synergistic enhancement of pectin's antioxidant capacity and gel properties through combined use of organic acids, ultrasonication, and microwaves. *International Journal of Biological Macromolecules*, *266*, 131164. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.131164>
- Lin, D., Lin, J., Li, Z., Zhao, S., Wang, L., Ran, Y., Ramaswamy, H. S., Duan, H., Bai, W., & Wang, C. (2026). Impact of extraction methods on the physicochemical and structural characteristics of pomelo peel pectin. *Journal of Agriculture and Food Research*, *26*. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2026.102631>
- Lv, X., Zhao, S., Ning, Z., Zeng, H., Shu, Y., Tao, O., Xiao, C., Lu, C., & Liu, Y. (2015). Citrus fruits as a treasure trove of active natural metabolites that potentially provide benefits for human health. *Chemistry Central Journal*, *9*(1). <https://doi.org/10.1186/s13065-015-0145-9>

- Mahato, N., Sharma, K., Sinha, M., Baral, E. R., Koteswararao, R., Dhyani, A., Hwan Cho, M., & Cho, S. (2020). Bio-sorbents, industrially important chemicals and novel materials from citrus processing waste as a sustainable and renewable bioresource: A review. *Journal of Advanced Research*, 23, 61–82. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jare.2020.01.007>
- Mantilla Mantilla, M. R. (2020). *Caracterización de pectina extraída a partir de residuos de fruta* [Trabajo de grado, Universidad de los Andes]. <https://hdl.handle.net/1992/49095>
- Marey, S., & Shoughy, M. (2016). Effect of temperature on the drying behavior and quality of citrus peels. *International Journal of Food Engineering*, 12(7), 661–671. <https://doi.org/10.1515/ijfe-2015-0296>
- Martínez, L. (2022). *Estudio del rendimiento y caracterización de pectina obtenida de frutos del género Citrus mediante diferentes parámetros de extracción*. [Trabajo de titulación, Universidad Central del Ecuador]. <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/30246>
- Montgomery, D. (2017). *The Design and Analysis of Experiments* (9.^a edición). John Wiley & Sons. https://www.academia.edu/65675640/The_Design_and_Analysis_of_Experiments
- Mousa, M. A. A., Wang, Y., Antora, S. A., Al-qurashi, A. D., Ibrahim, O. H. M., He, H.-J., Liu, S., & Kamruzzaman, M. (2022). An overview of recent advances and applications of FT-IR spectroscopy for quality, authenticity, and adulteration detection in edible oils. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 62(29), 8009–8027. <https://doi.org/10.1080/10408398.2021.1922872>
- Mugwagwa, L. R., & Chimphango, A. F. A. (2019). Box-Behnken design based multi-objective optimisation of sequential extraction of pectin and anthocyanins from mango peels. *Carbohydrate Polymers*, 219, 29–38. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.05.015>
- Murillo, A., & Fernández, M. (2021). *Optimización de la extracción de pectina a partir de Badea (Passiflora quadrangularis) por el método asistido por microondas*. [Trabajo de grado - Pregrado, Universidad de Córdoba]. <https://repositorio.unicordoba.edu.co/handle/ucordoba/3893>
- Nguyen, B. M. N., & Pirak, T. (2019). Physicochemical properties and antioxidant activities of white dragon fruit peel pectin extracted with conventional and ultrasound-assisted extraction. *Cogent Food & Agriculture*, 5(1), 1633076. <https://doi.org/10.1080/23311932.2019.1633076>

- Panwar, D., Panesar, P. S., & Chopra, H. K. (2023b). Ultrasound-assisted extraction of pectin from Citrus limetta peels: Optimization, characterization, and its comparison with commercial pectin. *Food Bioscience*, *51*. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102231>
- Pei, C. C., Hsien, T. S., Hsuan, F. C., Hsuan, H. L., Chi, C. C., & Yi, L. M. (2024). Microwave- and ultrasound-assisted extraction of pectin yield and physicochemical properties from lemon peel. *Journal of Agriculture and Food Research*, *15*. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2024.101009>
- Polanco-Lugo, E., Martínez-Castillo, J. I., Cuevas-Bernardino, J. C., González-Flores, T., Valdez-Ojeda, R., Pacheco, N., & Ayora-Talavera, T. (2019). Citrus pectin obtained by ultrasound-assisted extraction: Physicochemical, structural, rheological and functional properties[Pectina cítrica obtenida por extracción asistida por ultrasonido: propiedades físicoquímicas, estructurales, reológicas y funcion.... *CYTA - Journal of Food*, *17*(1), 463–471. <https://doi.org/10.1080/19476337.2019.1600036>
- Reichembach, L. H., & de Oliveira Petkowicz, C. L. (2020). Extraction and characterization of a pectin from coffee (*Coffea arabica* L.) pulp with gelling properties. *Carbohydrate Polymers*, *245*. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116473>
- Salma, M., Jahan, N., Islam, M., & Hoque, M. (2012). Extraction of Pectin from lemon peel: Technology development. *Journal of Chemical Engineering*, *27*(2), 25–30. <https://doi.org/10.3329/JCE.V27I2.17797>
- Samaniego, G. (2022, agosto 28). *Enfoque, tipo, diseño y método de investigación*. miasesor detesis. <https://miasesor detesis.com/enfoque-tipo-diseno-metodo-de-investigacion/>
- Santiago, B., Moreira, M. T., Feijoo, G., & González-García, S. (2020). Identification of environmental aspects of citrus waste valorization into D-limonene from a biorefinery approach. *Biomass and Bioenergy*, *143*. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105844>
- Satari, B., & Karimi, K. (2018). Citrus processing wastes: Environmental impacts, recent advances, and future perspectives in total valorization. En *Resources, Conservation and Recycling* (Vol. 129). <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.10.032>
- Torres-Mendoza, K. E., Lara-Tambaco, R. M., & León-Araujo, M. E. (2023). Obtención y caracterización de la pectina extraída de la cáscara de pepino (*Cucumis Sativus* L- Variedad Híbrido Dasher II) y validarla como producto gelificante en compotas. *Ibero-American Journal of Engineering & Technology Studies*, *3*(1), 205–223.
- Valencia, D. (2019). *Extracción y caracterización de pectina de cáscara de plátano cultivado en Colombia y de la especie Musa paradisíaca para su aplicación en la preparación de*

nanopartículas [Trabajo de grado, Universidad Nacional Abierta y a Distancia].
<https://repository.unad.edu.co/handle/10596/27152>

Wedamulla, N. E., Fan, M., Choi, Y.-J., & Kim, E.-K. (2022). Citrus peel as a renewable bioresource: Transforming waste to food additives. *Journal of Functional Foods*, 95, 5–9. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2022.105163>

Yauri, S., Fissore, E. N., Chavez, S. G., & Rojas, A. M. (2024). Advanced valorization of cocoa (*Theobroma cacao* L.) pod husks through 40 kHz-ultrasonic bath assisted extraction of pectins. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 42, 101869. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.scp.2024.101869>

Yoc, W. (2020). *Obtención de pectina a partir del mesocarpio de limón ponderosa (Citrus limon x citrus medica L. Burn. F.) por hidrólisis ácida a nivel laboratorio para su evaluación en la aplicación de mermeladas de frutas con bajo contenido de pectina* [Trabajo de grado, Universidad de San Carlos de Guatemala]. <http://www.repositorio.usac.edu.gt/id/eprint/15624>

ANEXOS

Anexo 1.

Adecuación de la materia prima

Figura 1.

Recepción del limón



Figura 2.

Selección y cortado del limón entero



Figura 3.

Proceso de deshidratación



Figura 4.

Residuos de limón deshidratadas



Figura 5.

Proceso de molido



Figura 6.

Materia seca de los residuos de limón



Anexo 2.

Caracterización de materia seca de residuos de limón

Figura 7.

Análisis de humedad inicial



Figura 8.

Análisis de ceniza de la materia seca.



Figura 9.

Determinación de índice de madurez de limón Meyer (Citrus Meyeri)



Anexo 3.

Extracción asistida por ultrasonido

Figura 10.

Peso de la materia seca en gramos 10g



Figura 11.

Relación m/v



Figura 12.

Solución de ajuste de pH



Figura 13.

Ajuste de pH



Figura 14.

Extracción de pectina por equipo de baño ultrasónico



Figura 15.

Precipitación



Figura 16.

Lavado con etanol al 96%

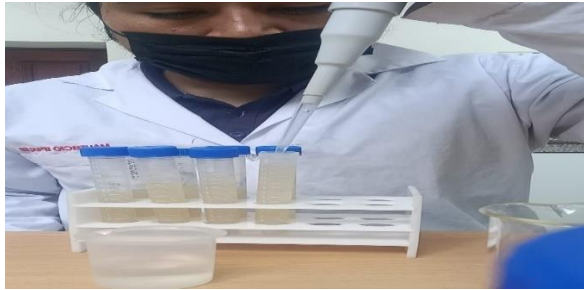


Figura 17.

Centrifugado



Figura 18.

Obtención de pectina húmeda



Figura 19.

Secado al horno a 50°C

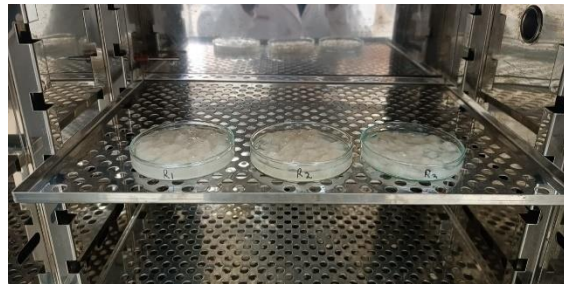


Figura 20.

Triturado



Figura 21.

Obtención de pectina seca



Figura 22.

Extracción y secado de tratamientos aleatorizados



Anexo 4.

Caracterización de la pectina extraída

Figura 23.

Determinación de humedad en horno



Figura 24.

Determinación de cenizas en mufla



Figura 25.

Preparación de soluciones de titulación



Figura 26.

Preparación de muestras optimizadas



Figura 27.

Determinación del grado de esterificación



Figura 28.

Determinación de Peso equivalente y de acide libre



Figura 29.

Determinación de Contenido de metoxilo (MeO) y ácido anhidrouónico (AUA)



Anexo 5.

Certificado de análisis

