

## ARTÍCULO ORIGINAL

## Efecto del ultrasonido en el grado de esterificación de la pectina de cáscara de pitahaya (*Hylocereus megalanthus*)

### Effect of ultrasound on degree of esterification of the pectin from dragon fruit (*Hylocereus megalanthus*) peel

Wilber Vilcapoma <sup>a</sup>; Johannes de Bruijn <sup>b,\*</sup>; Carlos Elías-Peñañiel <sup>a</sup>; Lucero Farfán-Rodríguez <sup>a</sup>; Christian R. Encina-Zelada <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Tecnología de Alimentos de la Universidad Nacional Agraria La Molina, Av. La Molina s/n Lima 12. Lima, Perú.

<sup>b</sup> Departamento de Agroindustrias Universidad de Concepción, Av. Vicente Méndez, nº595, 3812120. Chillán, Chile.

\* Autor corresponsal: J. de Bruijn [ [jdebruij@udec.cl](mailto:jdebruij@udec.cl) | <https://orcid.org/0000-0001-9282-8574> ]

W. Vilcapoma [ [20200675@lamolina.edu.pe](mailto:20200675@lamolina.edu.pe) | <https://orcid.org/0000-0002-0247-4715> ]

C. Elías-Peñañiel [ [celiasp@lamolina.edu.pe](mailto:celiasp@lamolina.edu.pe) | <https://orcid.org/0000-0002-5857-2058> ]

L. Farfán-Rodríguez [ [lfarfan@lamolina.edu.pe](mailto:lfarfan@lamolina.edu.pe) | <https://orcid.org/0000-0001-7952-033X> ]

C. Encina-Zelada [ [cencina@lamolina.edu.pe](mailto:cencina@lamolina.edu.pe) | <https://orcid.org/0000-0001-6834-7121> ]

#### Resumen

En esta investigación se evaluó el efecto del tratamiento de ultrasonido en la extracción de pectina de cáscara de pitahaya. En este sentido, se compararon 13 tratamientos, evaluando el efecto en el grado de esterificación (GE) como variable dependiente. Asimismo, los factores contenidos en los tratamientos evaluados fueron: tiempo de pausa (TP), relación líquido-sólido (RLS) y tiempo total de aplicación (TTA), siendo sus niveles: uno, tres y cinco segundos para TP; 30, 50 y 70 mL/g para RLS; y 15, 37,5 y 60 minutos para TTA. De esta manera, se obtuvo diferencias significativas ( $p < 0,05$ ) y se encontró que el valor de GE estuvo en el rango de 41,1% a 58,1%; también se evaluó la correlación entre los factores evaluados y el GE mediante el método de Pearson, hallando que el factor que tiene mayor influencia sobre el GE es el TP (0,70). Finalmente, estos resultados podrían ser usados para la obtención de una pectina de bajo GE (< 50 %) y ser aplicadas en la formulación de productos cárnicos bajos en grasa; para este fin, el mejor tratamiento sería con los siguientes parámetros de extracción: 1 segundo para TP, 30 mL/g para RLS y 37,5 minutos para TTA.

**Palabras clave:** Relación líquido sólido; tiempo total de aplicación de ultrasonido; tiempo de pausa; pitaya.

#### Abstract

In this research, the effect of ultrasound treatment on the extraction of pectin from dragon fruit peels was evaluated. In this sense, 13 treatments were compared, evaluating the effect on the degree of esterification (DE) as a dependent variable. Likewise, the factors contained in the treatments evaluated were pause time (PT), liquid-solid ratio (LSR) and total application time (TAT), being their levels: one, three and five seconds for PT; 30, 50 and 70 mL/g for LSR; and 15, 37.5 and 60 minutes for TAT. In this way, significant differences were found ( $p < 0.05$ ) with the DE values in the range of 41.1% to 58.1%. The correlation was also searched between the factors evaluated and DE using the Pearson method, with PT having the greatest influence on DE (0.70). Finally, these results could be used to obtain a low GE pectin (< 50 %) and be applied in the formulation of low fat meat products; for this purpose, the best treatment would be with the following extraction parameters: 1 second for TP, 30 mL/g for RLS, and 37.5 minutes for TTA.

**Keywords:** solid liquid ratio; total applied ultrasound time; pause time; pitaya.



## 1. Introducción

El incremento en la demanda de fibra dietética en el mercado internacional, con pronósticos de ventas alrededor de 1,04 a 1,85 billones de dólares americanos durante el periodo 2018 a 2026 (Global Market Insights, 2019), junto con diversas propiedades en beneficio de la salud como la prevención del cáncer, enfermedades cardiovasculares, diabetes, enfermedades del colon y obesidad (Hernawati et al., 2018; Wicker & Kim, 2016); además, su uso potencial en diversas aplicaciones en la industria de alimentos (Cheok et al., 2018) y sobre todo el uso viable en la formulación de productos cárnicos para la reducción de grasa animal (Choe & Kim, 2019; dos Santos et al., 2020; Jafarzadeh et al., 2021), nos lleva a la necesidad de buscar nuevos métodos de extracción, evitando el uso de ácidos y bases minerales, altas temperaturas, elevados tiempos de extracción (Xu et al., 2018), y la búsqueda de nuevas fuentes de fibra dietética tal como es la proveniente de la cáscara de pitahaya amarilla (*Hylocereus Megalanthus*). De esta manera, se puede contribuir a la reducción de la contaminación ambiental, brindando la protección respectiva según la norma peruana en cumplimiento al Decreto Legislativo N° 1278, Ley de Gestión Integral de Residuos Sólidos.

Uno de los novedosos métodos de extracción de fibra dietética es a través de la aplicación de ondas ultrasónicas, cuyo mecanismo de acción es la cavitación ocasionada por la ruptura de las burbujas producidas; además, mediante el aumento del cizallamiento se rompen las estructuras de fibra insoluble, liberando a la fibra soluble entrelazada entre sí (Gerschenson et al., 2021). Según Du et al. (2021), la aplicación del ultrasonido ha incrementado el rendimiento de extracción de fibra dietética soluble; sin embargo, también se ha observado que modifica algunas propiedades de las fibras dietéticas tales como tamaño y textura. Además la aplicación del ultrasonido tuvo efecto sobre el grado de esterificación siendo inversamente proporcional al tiempo de aplicación en la extracción de pectina de residuos de tomates (Ninčević et al., 2016). Por otro lado, la aplicación de ultrasonido de manera intermitente o pulsada ha demostrado disminuir los efectos de daños a la materia bioactiva, incluida la fibra dietética, dando resultados positivos en la conservación de estas sustancias bioactivas (Chen et al., 2021).

En este sentido, en la presente investigación, se planteó como objetivo principal el de evaluar el efecto de la aplicación del tratamiento de ultrasonido en la extracción de pectina de cáscaras de pitahaya amarilla (*Hylocereus megalanthus*).

## 2. Materiales y métodos

Los frutos de pitahaya amarilla (*Hylocereus megalanthus*) de la variedad Palora fueron cosechados en noviembre de 2021, provenientes de una producción orgánica; fueron

proveídos por el fundo de la *Corporation* Abregú SAC que está ubicado en el distrito de Huaral, provincia de Lima, Perú. 11°25'01"S; 77°14'01"W, altitud 245 msnm.

### 2.1. Obtención de la harina de cáscara de pitahaya

Los frutos frescos de pitahaya se lavaron, se pelaron y las cáscaras se cortaron a un tamaño de 3,5 x 0,5 cm, luego pasaron a un secador de bandejas de fabricación peruana a 55 °C y 0,5 m/s de flujo de aire hasta obtener masa constante, posteriormente fueron molidos (RETSCH, SR300. Alemania) y tamizados en una malla de 60 mesh (W.S. Tyler, USA).

### 2.2. Extracción de pectina

Se preparó 100 mL de mezcla compuesta de una solución de extracción de ácido cítrico (Sigma aldrich, Austria) al 1% (m/v) y polvo de cáscara de pitahaya a una relación líquido-sólido (RLS) de 30, 50 y 70 mL/g. Luego se usó un equipo generador de ondas de ultrasonido (Sonics & Materials, VC505. USA) a una potencia de 500 W, frecuencia de 20 kHz y una amplitud de 40 %, durante un tiempo total (TTA) de 15, 37,5 y 60 minutos y una intermitencia en la aplicación del ultrasonido generada por el tiempo de encendido (*on*) siendo de 2 segundos para todos los casos y el tiempo de pausa - TP (*off*), siendo este último por: 1, 3 y 5 segundos. Los tratamientos aplicados se muestran en la Tabla 1.

**Tabla 1**

Tratamientos con sus respectivos factores y niveles aplicados

Tratamientos	TP (s)	RLS (mL/g)	TTA (min)
T1	1,0	30,0	37,5
T2	5,0	30,0	37,5
T3	1,0	70,0	37,5
T4	5,0	70,0	37,5
T5	1,0	50,0	15,0
T6	5,0	50,0	15,0
T7	1,0	50,0	60,0
T8	5,0	50,0	60,0
T9	3,0	30,0	15,0
T10	3,0	70,0	15,0
T11	3,0	30,0	60,0
T12	3,0	70,0	60,0
T13	3,0	50,0	37,5

Al finalizar la operación de sonicado se utilizó una centrífuga (Orto Alresa, Biocen 22R, España) durante 15 minutos, a una fuerza centrífuga relativa (FCR) de 3663 x g y 10 °C, el sobrenadante corresponde a la fibra soluble al cual se le agregó etanol al 96 % (Hersil, Perú) en una relación 1 a 1, luego de 2 horas en refrigeración a 4 °C se centrifugó por 15 minutos a una FCR de 3663 x g y 4 °C, se decantó el líquido y el precipitado fue secado a 40 °C durante 24 horas en una estufa (Memmert, UN110, Alemania) obteniéndose la pectina. Este procedimiento se muestra gráficamente en la Figura 1.

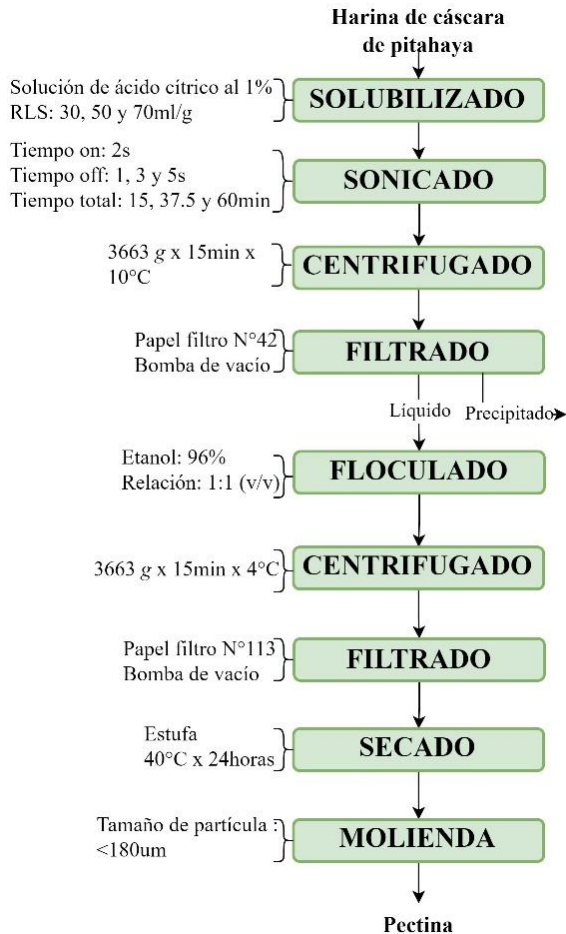


Figura 1. Diagrama de flujo para la obtención de pectina.

### 2.3. Determinación del grado de esterificación

Se determinó de acuerdo a la metodología de Bocek et al. (2001). Se colocó 0,2 g de pectina en un matraz de Erlenmeyer humedeciéndolo con unas gotas de etanol al 96%. Se añadió agua desionizada (20 mL) a 40 °C, aplicando agitación a 150 r.p.m. durante 2 horas. La solución resultante se tituló con una solución de NaOH de 0,1 N ( $V_i$ ), utilizando fenolftaleína como indicador. Después de ello, se agregó 10,00 mL de la solución de NaOH de 0,1 N a la muestra de ácido neutralizado y la solución se agitó durante otras 2 horas. A continuación, se añadió 10,00 mL de HCl de 0,1 N. El exceso de HCl se estimó con NaOH de 0,1 N ( $V_f$ ). El valor de GE se determinó aplicando la ecuación (1).

$$GE(\%) = \frac{V_i}{V_i + V_f} * 100 \quad (1)$$

### 2.4. Análisis estadístico

Se aplicó un análisis de varianza de un solo factor (*one-way ANOVA*) a los tratamientos con respecto al GE y su posterior análisis post hoc mediante el método de diferencia mínima significativa (LSD) aplicando un 5% de nivel de significancia ( $\alpha=0,05$ ) usando el entorno de

desarrollo integrado para R, R Studio (2022.07.1. Build 554) usando la librería 'agricolae' versión 1.3-5 (de Mendiburu, 2021). También se realizó el análisis de correlación de Pearson entre los factores TP, RLS y TTA con el GE, para ello se usó la librería 'corrplot' versión 0.92 (Wei et al., 2021).

### 3. Resultados y discusión

El análisis de varianza de un solo factor demostró que los distintos tratamientos tuvieron diferencias significativas ( $p < 0,05$ ), aplicando un 5% de nivel de significancia ( $\alpha=0,05$ ); del mismo modo, se realizó las comparaciones de medias aplicando la prueba *post hoc* de mínima diferencia significativa (LSD) para la variable respuesta GE con respecto a los diferentes tratamientos (Figura 2) y se observó que los tratamientos tienen influencia en el GE. De esta manera, los parámetros de extracción con un TP igual a 5,0 segundos, RLS de 50 mL/g y TTA igual a 15 minutos, maximizaron el valor de GE, siendo este igual a 58,1 %. Por otro lado, el menor valor de GE (41,1%) se obtuvo cuando se aplicó el TP igual a 1,0 segundo, RLS de 30 mL/g y TTA de 37,5 minutos; estas diferencias variaron en un 17 %. Al respecto, Chen et al. (2020) encontraron que al aplicar un mayor tiempo de sonicado se reduce el GE en al menos un 20 % y mencionaron que esta disminución posiblemente esté relacionada con un mayor nivel de cavitación acústica. Este efecto fue estudiado en pectina cítrica, en donde se evidenció la reducción del GE por la aplicación de un mayor tiempo de tratamiento con ultrasonido (Zhang et al., 2013). Del mismo modo, Ninčević et al. (2016) observaron que el GE se redujo durante la extracción de pectina a partir de residuos de tomates al usar las ondas de ultrasonido por un periodo de 90 minutos. De ello podemos decir que la cavitación acústica generada por las ondas ultrasónicas generó cambios estructurales y con ello la disminución del GE en la pectina obtenida a partir de cáscara de pitahaya.

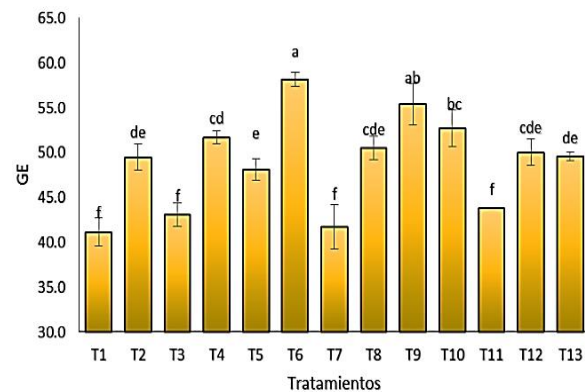


Figura 2. Tratamientos con respecto al grado de esterificación. Las letras en minúsculas diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0,05$ ) entre los tratamientos.

En la Figura 3 se observa un análisis realizado mediante el método de correlación de Pearson, se obtuvo que existe una correlación directa (0,70) entre el TP y el GE, mientras que el TTA y el GE tuvo una correlación inversa (-0,55), por

ello podemos indicar que el factor TP es el que mayor efecto tiene en el GE. En ambos casos, tanto el TP y el TTA están relacionadas con el tiempo neto de aplicación de ultrasonido; es por esta razón que la variación del GE se ve evidenciada. Según Chen et al., (2020); Zhang et al. (2013) y Ninčević et al. (2016), efectivamente es el tiempo de aplicación de ultrasonido quien genera las modificaciones de las propiedades estructurales e incluso cambios químicos en las pectinas.

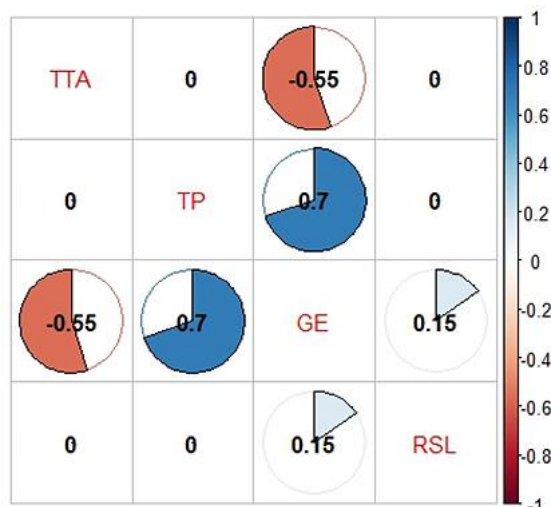


Figura 3. Análisis de correlación de TP, RLS y TTA con respecto al GE.

Finalmente, una pectina de bajo GE es la indicada para ser usada en productos bajos en calorías debido a su gelificación a baja concentración de azúcares (Reichembach & de Oliveira, 2021). Por otro lado, Méndez-Zamora et al. (2015) mencionan que las salchichas tipo Frankfurt formuladas con pectina de bajo GE mostraron un incremento de la capacidad de retención de agua y el rendimiento del proceso. Además, pudo ser aplicado en jugo con la finalidad de aumentar la viscosidad y ayudar en la retención de vitamina C (Mousa, 2020). Por otra parte, una pectina de alto GE ( $GE > 50$ ) es usado comúnmente en la elaboración de jaleas, mermeladas y en productos de confitería (Reichembach & de Oliveira, 2021).

Por esta razón, si se desea obtener una pectina de bajo GE, el mejor tratamiento sería el número uno, cuyos parámetros de extracción son: 1,0 segundo para TP, 30 mL/g para RLS y 37,5 minutos para TTA. Por otro lado, si se quiere obtener una pectina de alto GE el mejor tratamiento sería el número seis, con un TP igual a 5,0 segundos, RLS de 50 mL/g y TTA igual a 15 minutos.

#### 4. Conclusiones

Se compararon 13 diferentes tratamientos con aplicación de ultrasonido en la extracción de pectina, siendo los tratamientos 1, 3, 7 y 11 con los que se obtiene menor grado de esterificación y los tratamientos 6 y 9 mayor grado de esterificación.

Se evaluó el efecto que tiene la aplicación de ultrasonido en el grado de esterificación, observando que el tiempo de pausa tiene un efecto positivo ( $r = 0,7$ ) en la variación del grado de esterificación y el tiempo total de aplicación tiene un efecto negativo ( $r = -0,55$ ).

El consumo de productos bajos en calorías está en incremento; por esta razón, una pectina de bajo grado de esterificación podría ser utilizada en la formulación de productos cárnicos bajos en grasa.

#### Agradecimientos

Reconocemos el apoyo financiero del Proyecto CONCYTEC, a través de su unidad ejecutora el Programa Nacional de Investigación Científica y Estudios Avanzados (PROCIENCIA), contrato N° 051-2021. Además, se agradece a la *Corporation Abregú S.A.C.* por los frutos de pitahaya brindados para el desarrollo del presente trabajo de investigación.

#### Referencias bibliográficas

- Bocek, A. M., Zabivalova, N. M., & Petropavlovskii, G. A. (2001). Determination of the esterification degree of polygalacturonic acid. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 74(5), 796–799.
- Chen, L., Chen, L., Zhu, K., Bi, X., Xing, Y., & Che, Z. (2020). The effect of high-power ultrasound on the rheological properties of strawberry pulp. *Ultrasonics Sonochemistry*, 67.
- Chen, X., Wang, Z., & Kan, J. (2021). Polysaccharides from ginger stems and leaves: Effects of dual and triple frequency ultrasound assisted extraction on structural characteristics and biological activities. *Food Bioscience*, 42, 101166.
- Cheok, C. Y., Mohd Adzahan, N., Abdul Rahman, R., Zainal Abedin, N. H., Hussain, N., Sulaiman, R., & Chong, G. H. (2018). Current trends of tropical fruit waste utilization. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 58(3), 335–361.
- Choe, J., & Kim, H. Y. (2019). Quality characteristics of reduced fat emulsion-type chicken sausages using chicken skin and wheat fiber mixture as fat replacer. *Poultry Science*, 98(6), 2662–2669.
- de Mendiburu, F. (2021). *Package "agricolae" - Statistical Procedures for Agricultural Research* (1.3-5).
- dos Santos, M., Ozaki, M. M., Ribeiro, W. O., Paglarini, C. de S., Vidal, V. A. S., Campagnol, P. C. B., & Pollonio, M. A. R. (2020). Emulsion gels based on pork skin and dietary fibers as animal fat replacers in meat emulsions: An adding value strategy to byproducts. *LWT - Food Science and Technology*, 120, 108895.
- Du, X., Wang, L., Huang, X., Jing, H., Ye, X., Gao, W., Bai, X., & Wang, H. (2021). Effects of different extraction methods on structure and properties of soluble dietary fiber from defatted coconut flour. *LWT - Food Science and Technology*, 143, 111031.
- 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, 106799.
- Global Market Insights. (2019). *Pectin Market Analysis*

- Report, Industry Projections 2026.*  
<https://www.gminsights.com/industry-analysis/pectin-market>
- Hernawati, Setiawan, N. A., Shintawati, R., & Priyandoko, D. (2018). The role of red dragon fruit peel (*Hylocereus polyrhizus*) to improvement blood lipid levels of hyperlipidaemia male mice. *Journal of Physics: Conference Series*, 1013(1), 12167.
- Jafarzadeh, R., Eyiler, E., & Vural, H. (2021). Thermal and Microscopic Properties and Quality Characteristics of Low-fat Frankfurters and Emulsions Produced with Carboxymethyl Cellulose, Methyl Cellulose and Pectin. *Carpathian Journal of Food Science and Technology*, 13(2), 150–164.
- Méndez-Zamora, G., García-Macías, J. A., Santellano-Estrada, E., Chávez-Martínez, A., Durán-Meléndez, L. A., Silva-Vázquez, R., & Quintero-Ramos, A. (2015). Fat reduction in the formulation of frankfurter sausages using inulin and pectin. *Food Science and Technology (Brazil)*, 35(1), 25–31.
- Mousa, R. M. A. (2020). Simultaneous development of cloud stability and antioxidant preservation in cloudy guava juice using hydrocolloid combinations. *International Food Research Journal*, 27(4), 762–774.
- Ninčević, A., Brnčić, M., Vikić-Topić, D., Roca, S., Dent, M., & Rimac, S. (2016). Ultrasound assisted extraction and characterization of pectin from tomato waste. *Food Chemistry*, 198, 93–100.
- Reichembach, L. H., & de Oliveira, C. L. (2021). Pectins from alternative sources and uses beyond sweets and jellies: An overview. En *Food Hydrocolloids* (Vol. 118, p. 106824). Elsevier B.V.
- Wei, T., Simko, V., Levy, M., Xie, Y., Jin, Y., Zemla, J., Freidank, M., Cai, J., & Protivinsky, T. (2021). *Package “Corrplot” - Visualization of a Correlation Matrix* (0.92; p. 26). <https://cran.r-project.org/web/packages/corrplot/corrplot.pdf>
- Wicker, L., & Kim, Y. (2016). Pectin and Health. En *Encyclopedia of Food and Health* (pp. 289–293).
- Xu, S. Y., Liu, J. P., Huang, X., Du, L. P., Shi, F. L., Dong, R., Huang, X. T., Zheng, K., Liu, Y., & Cheong, K. L. (2018). Ultrasonic-microwave assisted extraction, characterization and biological activity of pectin from jackfruit peel. *LWT - Food Science and Technology*, 90, 577–582.
- Zhang, L., Ye, X., Xue, S. J., Zhang, X., Liu, D., Meng, R., & Chen, S. (2013). Effect of high-intensity ultrasound on the physicochemical properties and nanostructure of citrus pectin. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(8), 2028–2036.