

INFORME ANUAL

- 1. Departamento / Programa :** Laboratorio de Bromatología y Calidad
- 2. Nombre director de la Estación Experimental:** Mgs. Luis Alberto Duicela Guambi.
- 3. Responsable del Departamento / Programa en la Estación Experimental:** Ing. Q. Wilmer Hernán Ponce Saltos, Mg.
- 4. Equipo técnico multidisciplinario I+D:**
 - Ph.D. Ernesto Cañarte (DNPV-Entomología-EEP).
 - MSc. Ing. Bernardo Navarrete (DNPV-Entomología-EEP).
 - MSc. Ing. Gloria Cobeña (Programa Yuca-Camote-EEP).
 - Ing. Geover Peña Monserrate. (Programa de Fruticultura-EEP)
 - MSc. Ing. William Viera (Coordinador Nacional de Fruticultura – EESC).
 - Mg. Ing. Benny Avellán (Núcleo de Transferencia de Tecnología y Comunicación-EEP).
 - Ing. Luis Pinargote (Programa de Ganadería y Pastos - EETP).
 - Ph.D. Iván Samaniego (Dpto. de Nutrición y Calidad – EESC).
 - MSc. Eddie Zambrano Zambrano (Programa de Maíz EEP).
 - Ing. Favio Ruilova (Programa de Maíz EEP).
- 5. Financiamiento:**

Gasto Corriente Estación Experimental Portoviejo, Proyecto+Algodón (FAO).
- 6. Proyectos:**
- 7. Socios estratégicos para investigación:**

Instituto Interamericano para la Cooperación de la Agricultura (IICA).

- Mgs. Ing. Andrés Viteri (Supervisor Planta AVP-Piñón)-Docente Universidad Técnica de Manabí.

Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO).

- Ing. Rafael Sotelo (Técnico Proyecto +Algodón (FAO)).

Universidad Técnica de Manabí (UTM).

- PHD. Freddy Zambrano Gavilanes (FIA-UTM).
- Mgs. Ing. Carlos Moreira (Vice-decano de Carrera de Ingeniería Química)
- MSc. Ing. María Riera (Docente del Dpto. Procesos Químicos).
- MSc. Ing. Ricardo Baquerizo (Docente del Dpto. Procesos Químicos).
- Msc.Gabriel Burgos Briones (Docente del Dpto. Procesos Químicos).
- MSc. Ing. Carrillo Anchundia Bladimir Jacinto (Docente del Dpto.ProcesosQuímicos Alimentos y Biotecnología UTM).
- Srta. Quiroz Palma María Mercedes (Tesis UTM – Ingeniería Química).
- Srta. Meza Gómez María Lilibeth (Tesis UTM – Ingeniería Química).
- Msc. Manuel Saltos Giles (FIAG-UTM).
- MSc. Ing. Carrillo Anchundia Bladimir Jacinto (Docente del Dpto.ProcesosQuímicos Alimentos y Biotecnología UTM).

8. Publicaciones:

- Pallo-Chango, I., Zambrano-Gavilanes, F., & Ponce-Saltos, W. (2021). Biogás de fibras de la yuca con diferentes inóculos y caracterización química de los substratos biodigeridos. *The Biologist* (Lima), 19(2).
- Zambrano-Gavilanes, F., Vélez, J. C. M., & Ponce-Saltos, W. (2021). Metanización de la biomasa residual de dos variedades de cacao y caracterización nutricional del sustrato biodigerido. *Biotempo*, 18(2).
- Sánchez, H., Ponce, W., Brito, B., Viera, W., Baquerizo, R., & Riera, M. A. (2021). Biofilms Production from Avocado Waste. *Ingeniería y Universidad*, 25.

9. Participación en eventos de difusión científica, técnica o de difusión:

- López J., Chirinos D., Ponce W., Solórzano R., y Alarcón J. (2021). Efecto de formulados botánicos sobre la mortalidad de *Spodoptera frugiperda* Smith en condiciones de laboratorio" V Convención Científica Internacional en la UTM. Portoviejo-Ecuador.
- Romero A., Ponce W., Vera M., Gómez Y. y Riera M. (2021). Producción de ácido láctico a partir del residuo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*)" V Convención Científica Internacional en la UTM. Portoviejo-Ecuador.

Tesis de Pregrado

- Intriago M. (2021). Eficiencia sobre el rendimiento de los extractos de semilla de maracuyá (*Passiflora edulis*) bajo técnica de percolación con solvente. Universidad Técnica de Manabí. Tesis de Ingeniería Química. Portoviejo-Manabí.
- Mezones J. y Navarrete C. (2021). Modificación química del almidón obtenido de semillas de aguacate (*Persea americana*) como alternativa en la producción de bioplásticos. Universidad Técnica de Manabí. Tesis de Ingeniería Química. Portoviejo-Manabí.
- Vera J. y Zambrano R. (2021). Evaluación físico-química de los residuos del procesamiento de yuca (*Manihot esculenta*) y plátano (*Musa paradisiaca*) para la obtención de bioplástico.

10. Propuestas presentadas:

Propuesta 1.

Título: (Nombre de la propuesta presentada)

Tipo propuesta: (Nota conceptual, proyecto, programa, etc.)

Fondos o Convocatoria: (Nombre del financiador o la convocatoria donde se presentó la propuesta)

Fecha presentación: (Fecha de presentación del proyecto al organismo financiador)

Responsable: (Responsable o Director del proyecto)

Equipo multidisciplinario: (Nombres equipo técnico que participaron en la elaboración de la propuesta y/o participarán en la ejecución)

Presupuesto: (Presupuesto total requerido en la propuesta en dólares)

Duración proyecto: (Duración total del proyecto en meses)

Estado: (Aprobado, presentado o negado)

Fecha probable inicio ejecución: (Llenar únicamente para los proyectos que han sido aprobados en el 2021 y aún no inicia su ejecución)

11. Hitos/Actividades por proyecto ejecutadas por el programa o departamento:

Actividad 1. Aprovechamiento agroindustrial del cultivo de maíz (*Zea Mays L.*).

Responsable: Ing. Wilmer Ponce Saltos Mg.

Colaboradores:

MSc. Ing. Carrillo Anchundia Bladimir Jacinto (Docente del Dpto. Procesos Químicos Alimentos y Biotecnología UTM).

Srta. Quiroz Palma María Mercedes (Tesisista UTM – Ingeniería Química).

Srta. Meza Gómez María Mercedes (Tesisista UTM – Ingeniería Química)

MSc. Eddie Zambrano Zambrano (Programa de Maíz EEP)

Ing. Favio Ruilova (Programa de Maíz EEP)

Antecedentes:

El maíz (*Zea mays L.*) es un cultivo importante en que radica ser el segundo cereal (primero el trigo) a nivel mundial y a nivel nacional el más cultivado, y también el primer cultivo transitorio utilizado para el consumo alimenticio de animales y su diversificada aplicabilidad en la fabricación de materias primas en la industria energética y de biomateriales (MAGAP, 2013). La estimación de superficie sembrada de maíz amarillo duro en el Ecuador durante el primer período del año 2018 fue de 217.900,44 hectáreas; de éste total, la provincia de Manabí cubre una superficie de 79.590,62 hectáreas correspondiente a 37% (SIPA, 2019). Ecuador produce 1,2 millones de toneladas (t) de maíz, dentro de las cuales 900.000 toneladas lo adquieren las industrias nacionales para la elaboración de alimentos balanceados en la producción de aves, porcinas, peces, etc. (Baca, 2016; Faustos, 2018).

Según S.I.P.A. (2020), emite datos en donde la mayor parte de la producción de maíz en el Litoral ecuatoriano está representada por híbridos comerciales de maíz duro amarillo, en donde la provincia de Manabí con una superficie de 1.606.465 ha totales, es una de las regiones más sobresalientes, y que tiene una superficie plantada y cosechada de 82.123 ha, con un rendimiento de 5,57 ton/ha de maíz duro, también se produce el maíz para el consumo en fresco (maíz choclo), con una superficie de 75 ha, con un rendimiento de 2,04 ton/ha, este último, es aplicado como una alternativa social-económica para pequeños agricultores de los valles irrigables del Litoral ecuatoriano, cuyas siembras se dan en diferentes sistemas de uso de la tierra a nivel de monocultivos o asociados con hortalizas (Alarcón et al. 2019) y en menor escala el uso de variedades criollas utilizados en muchos platos típicos de las poblaciones del Litoral ecuatoriano. Bajo estos antecedentes, es preciso recalcar que en la generación de la cadena de valor del maíz a nivel nacional y zonal, no se aprovecha en su totalidad, en el caso del maíz amarillo duro, existen subproductos que no son considerados dentro de la cadena de valor, por ejemplo, el desarrollo de biocolorantes, bioalcoholes, etc., y que estos son aprovechables de una manera integral el grano, además de la cantidad de residuos de maíz que quedan después de las cosechas como hojas, tallo, tusa, etc. según Serrano et al. (2017), en el Ecuador se

generan más de 100.000 toneladas de residuos por año, y en su mayoría son quemados, dejando un impacto negativo hacia el ambiente.

En una indagación que realizó el Ministerio de Electricidad y Energías Renovable (MEER), actual Ministerio de Energía y Recursos Naturales No Renovables (MERNNR), en un estudio bioenergético, determinó 115.878,18 de toneladas de maíz duro se producen 52.145,18 toneladas de residuos, este resultado conlleva a calcular un potencial energético.

Esta propuesta de investigación, esta propuesta cuenta con el acta de aprobación N° 021 a través del comité de estación con fecha 28 de mayo de 2020.

Objetivos:

Realizar la caracterización física, química y energética de la biomasa producida en periodo de pos cosecha de maíz.

Metodología:

Los tallos de maíz del híbrido H-603 se trituraron y minimizaron su tamaño mediante un molino para muestras vegetales, por el cual se realizó la caracterización fisico-química biomasa de maíz para tener el contenido inicial de la materia prima en lo que respecta a: Humedad, proteína, fibra, grasa, cenizas, carbohidratos totales o Extracto Libre de Nitrógeno (ELN) y Azúcares totales.

- **Azúcares totales.**

Fue determinado a través del método MO-LSAIA-21, en %, este análisis fue realizado por el Laboratorio de Nutrición y Calidad de INIAP Sta. Catalina

- **Contenido de humedad (AOAC 32.1.03)**

La técnica por excelencia para cuantificar el contenido de humedad en una muestra, es la determinación gravimétrica. La misma se fundamenta en someter la muestra a calentamiento en una estufa y luego medir la pérdida de peso debido a la volatilización del agua (Pomeranz et al., 2000). La Association of Official Analytical Chemists (AOAC), reconoce esta técnica por el método oficial (32.1.03), para la determinación de humedad en alimentos sólidos y harinas (AOAC, 2006). Para su aplicación requiere de prolongados tiempos de secado en la estufa, entre 3 y 16 horas, dependiendo de la composición de la matriz y la temperatura empleada (Bradley, 2010), a través de la ecuación 1.

$$\%h = \frac{Pa}{Ps} * 100 \quad (1)$$

$$Pa = Ph - Ps$$

Donde:

%h = Contenido de humedad

Pa = Peso del agua que contiene una muestra

Ps = Peso del material seco

Ph = Peso de material húmedo

- **Contenido de cenizas (AOAC, 2000)**

Este método analítico proporciona una estimación del material mineral presente en la muestra de almidón incluyendo metales, sales y trazas de elementos; se utiliza la pérdida gravimétrica por calentamiento (Aristizabál y Sánchez, 2007) En el cual se menciona que se debe de pesar aproximadamente 1,0 g de muestra en un crisol de porcelana que ha sido previamente lavado, secado en un horno y pesado para luego colocar el crisol de porcelana con la muestra en la mufla e incinerar a 550 °C durante tres horas y media, enfriar el crisol y las cenizas en un desecador hasta tener peso constante, luego pesar el crisol con las cenizas y calcular la cantidad de cenizas mediante la ecuación 2.

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{\text{Peso de las cenizas (g)} \cdot 100}{\text{Peso de la muestra (g)}} \quad (2)$$

- **Contenido de Fibra**

Una muestra libre de humedad y grasa, se digiere primero con una solución acida y luego con una solución alcalina; los residuos orgánicos restantes, se recogieron en un crisol filtro. La pérdida de peso después de incinerar la muestra, se denomina fibra cruda.

- **Contenido de Proteína**

El nitrógeno de los compuestos orgánicos en presencia de ácido sulfúrico y catalizador es convertido en sulfato de amonio. La adición de exceso de hidróxido de sodio concentrado libera el gas amoníaco el cual es destilado y recogido en una solución de ácido bórico al 2.5 % en exceso, formándose el ion borato el que es titulado con ácido clorhídrico de normalidad conocida. La concentración de ion borato es proporcional a la de nitrógeno presente en la muestra. La Proteína cruda corresponde a la determinación de nitrógeno en una muestra y su relación matemática con el contenido de proteína.

- **Contenido de Grasa o extracto etéreo**

La determinación de grasa en los ingredientes alimenticios se basa en su propiedad de ser solubles en solventes orgánicos, se usa un solvente orgánico el cual se calienta para que se volatilice, se hizo pasar el solvente a través de la muestra, arrastrando consigo las sustancias solubles. El proceso descrito se repite en forma continua, hasta que no queden residuos de material extraíble en la muestra, posteriormente el solvente se destila y el material soluble permanece en el recipiente colector.

- **Carbohidratos**

El porcentaje de carbohidratos se determinó por diferencia (Vera y Chavarría, 2020) aplicando la siguiente ecuación 3:

$$\% \text{ Carbohidratos} = 100 - \%H - \%C - \%G - \%P \quad (3)$$

- **Determinación de la lignina**

La lignina es resistente a la hidrólisis ácida, fácilmente oxidable, soluble en bisulfito o álcalis caliente, y fácilmente condensable con fenoles o tioles; por lo que para su determinación se lleva a cabo un ataque ácido, cuantificando el residuo que queda

después de la hidrólisis (Palacios, 2016). Se basa en la Norma TAPPI T-222 om-98 o método Klason en donde consiste:

- Pesar 1 g de muestra y colocar en un vaso de precipitación de 50 mL.
- Preparar una solución de H₂SO₄ al 72 % a partir de una solución concentrada, y agregar 15 mL a la muestra pesada, mantener durante 2 horas en agitación constante.
- Vaciar la muestra en un vaso de precipitación de 1 L y realizar una disolución al 4 % de H₂SO₄ agregando agua destilada.
- Dejar en ebullición suave por 4 horas.
- Decantar y filtrar la muestra. Paralelamente pesar un crisol etiquetado, limpio y seco.
- Secar la muestra en una estufa a 105 ±3°C, llevar a un desecador y determinar el peso hasta peso constante. (TAPPI: TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY, 2006)

Para la determinación del porcentaje de lignina se utilizó la siguiente fórmula (ecuación 4), basada en el peso del residuo que queda después de la hidrólisis ácida y secado de la muestra.

$$\% \text{ Lignina} = \frac{PM_f * 100}{PM_o} \quad (4)$$

Donde:

PM_o: Peso de la muestra antes de la hidrólisis ácida y secado

PM_f: Peso de la muestra después de la hidrólisis ácida y secado

- **Determinación de la holocelulosa:**
- Se determinó aplicando el método de la ASTM D-1104 modificado, que radica en:
- Pesar 2 g de muestra y se colocó en un matraz cuello no esmerilado de 250 mL
- Llevar a baño María en un rango de temperatura de 75-85°C
- Tratar la muestra con 150 mL de agua, 0,2 mL de ácido acético glacial y 1 g de clorito de sodio, se tapa y se deja reposar durante 1 hora manteniendo la temperatura.
- Se vuelve a añadir 0,2 mL de ácido acético glacial muy frío y 1 g de clorito de sodio, y se repite este paso cada hora durante las siguientes 5 horas, o por lo menos hasta que la muestra se torne blanca.
- Colocar el matraz en un baño de hielo hasta alcanzar una temperatura de 10 ° C, y se filtra el contenido del frasco.
- Lavar la muestra con 500 mL de agua destilada fría, donde el residuo amarillo pasa a ser completamente de color blanco. Y paralelamente se lava, etiqueta, seca y pesa un crisol.
- Llevar la muestra al crisol y se deja secar a 105±3°C en una estufa, se ingresó la muestra en el desecador y finalmente se pesa en una balanza analítica hasta alcanzar peso constante.
- Se almacena para una posterior determinación de celulosa. (ASTM D1104-56, 1978)

Se calculó mediante la Ecuación 5, basada en el residuo seco que queda después del tratamiento con ácido acético y clorito de sodio y el secado en la estufa:

$$\% \text{ Holocelulosa} = \frac{PM_f \times 100}{PM_o} \quad (5)$$

Donde:

PMo: Peso de la muestra antes del tratamiento y secado

PMf: Peso de la muestra después del tratamiento y secado

- **Determinación de la celulosa:**

Las propiedades más importantes de la celulosa se relacionan, en primer lugar, con la susceptibilidad de la molécula a la hidrólisis y, en segundo lugar, con su capacidad de absorber agua (Roberto Escobar Toledo, 2005). La separación de hemicelulosa y celulosa se hace en base a la solubilidad en solución acuosa al 17.5 % en peso de hidróxido de sodio (NaOH) (Palacios, 2016).

- Se determinó por medio de la holocelulosa aplicando el método TAPPI T 212:
- Pesar 1 g de muestra tratada por la determinación de holocelulosa, colocar en un matraz de 100 mL y se lleva a baño de agua a 25°C.
- Preparar una solución de hidróxido de sodio al 17,5 % y se añade 10mL a la muestra. Se agita y se deja reposar por 5 min.
- Añadir 5 mL de hidróxido de sodio al 17,5 %, se agita y se deja reposar por 30 min.
- Añadir 30 mL de agua, se agita y se deja reposar durante 1 hora.
- Filtrar al vacío con un crisol de fondo poroso, previamente lavado, etiquetado, secado a 65°C y pesado. Se realiza lavados con una disolución de agua e hidróxido de sodio (30 mL de agua y 25 mL de hidróxido de sodio al 17,5 %).
- Posteriormente, se lava con 30 mL de agua, aplicando filtración al vacío y se agrega 5 mL de ácido acético al 10 % sin aplicar vacío y se deja reposar durante 3 min.
- Lavar con 50 mL de agua destilada, aplicando vacío.
- Llevar la muestra a una estufa para secarla a una temperatura de 65°C (la temperatura puede variar entre 60-85°C), se lleva al desecador y se pesó en una balanza analítica hasta peso constante (TAPPI: TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY, 2002).

El cálculo necesario para la determinación de celulosa se expresa en la ecuación 6 basada en el peso inicial de la muestra y el peso del residuo seco después del tratamiento que recibió la muestra:

$$\% \text{ Celulosa} = \frac{PM_f * 100}{PM_o} \quad (6)$$

Donde:

PMo: Peso de la muestra antes del tratamiento y secado.

PMf: Peso de la muestra después del tratamiento y secado.

Resultados:

Tabla 1. Análisis de azúcares totales de diferentes ecotipos de maíz.

Tipo de muestra	AZÚCARES TOT.Ω
H-601	3,50
543-QPM	4,03
CRIOLLO	2,38

En la tabla 1, el contenido de azúcares totales en maíz en mayor presencia, sobresale el 543-QPM, frente al híbrido amarillo cristalino y criollo.

Tabla 2. Características físicas y químicas de la biomasa residual de maíz.

COMPONENTES	Composición%
Lignina	11,08
Celulosa	70,91
Holocelulosa	6,9
Hemicelulosa	65,2
Cenizas	6,31
Proteínas	1,61
Extraíbles (fibra)	45,73
Humedad	0,92
Grasa	9,9

El contenido lignocelulósico, mantiene una estructura de lignina de 11,08% y de celulosa del 70,91% que puede aprovecharse para el bioalcohol.

Conclusiones:

Estos valores nos indican que la materia prima es apta para ser utilizada en el procesamiento como bioetanol en el caso del análisis de holocelulosa y hemicelulosa que van de la mano su cálculo, de nuestro interés.

Recomendaciones:

Seguir con los estudios y lograr canalizar estas características para generar un valor agregado.

Referencias bibliográficas:

- Alarcón Cobeña, F., Limongi Andrade, R., Zambrano, E., & Navarrete Cedeño, J. B. (2019). Desarrollo de una variedad de maíz tropical de grano blanco con calidad de proteína para consumo en fresco. Desarrollo de una variedad de maíz blanco con calidad de proteína.
- Baca Guerrero, L. A. (2016). La producción de maíz amarillo en el Ecuador y su relación con la soberanía alimentaria (Bachelor's thesis, PUCE).
- Ibarra-Ballesteros, J. C. y Rueda-Ordoñez, Y. J. Biomasa para el aprovechamiento energético. Una revisión de la caracterización y los modelos por descomposición termoquímica. Obtenido en: https://www.researchgate.net/publication/324223970_Biomasa_para_el_aprovechamiento_energetico_Una_revision_de_la_caracterizacion_y_los_modelos_por_descomposicion_termoquimica/related
- Medina-Morales, J. U., Sánchez-Herrera, M. L., Hidalgo-Millán, A., JimenezRu-íz, E. I., Ruíz-Sánchez, T. D. J., Espinoza-Rodríguez, M. Á., y Delgado-Delgado, R. 2018. Un estudio sobre el potencial del uso de residuos lignocelulósicos. REVISTA MICA, 1(1).
- Ministerio de Agricultura y Ganadería (MAG). (2019). Sistema de Información Pública Agropecuaria (SIPA). Recuperado el 18 de Febrero del 2020 en: <http://sipa.agricultura.gob.ec/>
- Ministerio de Agricultura y Ganadería (MAG). (2020). Sistema de Información Pública Agropecuaria (SIPA). Recuperado el 26 de Mayo del 2020 en: <http://sipa.agricultura.gob.ec/index.php/cifras-agroproductivas>
- Ministerio de Agricultura, Ganadería, Acuacultura y Pesca (MAGAP). (2013). Boletín situacional del maíz duro seco.
- Ministerio de Electricidad y Energía Renovable, MEER. 2014. Atlas Bioenergético del Ecuador. Instituto Nacional de Preinversión. Esin, Consultora S.A. 150 p.
- Faustos, M. (jueves de Noviembre de 2018). El Comercio. Recuperado el 14 de Febrero del 2020, El Comercio: <https://www.elcomercio.com/actualidad/produccionmaiz-agricultores-ministerio-guayas.html>
- Serrano, J., Mejía, W., Ortiz, J., Sánchez, A., & Zalamea, S. (2017). Determinación del Potencial de Generación Eléctrica a Partir de Biomasa en el Ecuador. Revista de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad del Azuay, 21.
- Tovar, C. D. G., & Colonia, B. S. O. (2013). Producción y procesamiento del maíz en Colombia. Revista Guillermo de Ockham, 11(1), 97-110.

Anexos

MC-LSAIA-2201-08



INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS
ESTACIÓN EXPERIMENTAL SANTA CATALINA
DEPARTAMENTO DE NUTRICIÓN Y CALIDAD
LABORATORIO DE SERVICIO DE ANÁLISIS E INVESTIGACIÓN EN ALIMENTOS
Panamericana Sur Km. 1, CutugaguaTfís. 2860981-3007134. Fax 3007134
 Casilla postal 17-01-340



INFORME DE ENSAYO No: 21-0115

**NOMBRE PETICIONARIO: Ing. Wilmer Ponce	**INSTITUCION: Estación Portoviejo	
**DIRECCION: K 12 Santa Ana Cantón Portoviejo	**ATENCIÓN: Ing. Wilmer Ponce	
**FECHA DE EMISIÓN: 19/08/2021	FECHA DE RECEPCIÓN: 11/06/2021	
FECHA DE ANÁLISIS: Del 11 de junio al 16 de agosto	HORA DE RECEPCIÓN: 10h00	
	ANÁLISIS SOLICITADO: Azúcares Totales	

ANÁLISIS	HUMEDAD	AZÚCARES TOT.Ω	**IDENTIFICACIÓN
METODO	MO-LSAIA-01.01	MO-LSAIA-21	
METODO REF.	U.FLORIDA 1970	DUBOIS 1956	
UNIDAD	%	%	
21-0736	11.83	3.50	M1-H-0601
21-0737	11.71	4.03	M2-543-OPM
21-0738	11.72	2.38	M3-CRIOLLO
21-0739	10.81	16.65	M4-YUCA
21-0740	11.46	1.81	M5-PLATANO
21-0741	9.08	2.36	M6-MARA-HEX
21-0742	8.54	1.45	M7-MARA-ET
21-0743	7.51	36.82	M8-CANA-REP
21-0744	5.28	1.52	M9-TUSA-CRIOLLO

Los ensayos marcados con Ω se reportan en base seca.
 OBSERVACIONES: Muestra entregada por el cliente



IVÁN RODRÍGUEZ SAMANIEGO MALOJA
 Dr. Iván Samaniego, MSc.
 RESPONSABLE TÉCNICO

RESPONSABLES DEL INFORME



BLADIMIR ORTIZ RAMOS
 Ing. Bladimir Ortiz
 RESPONSABLE CALIDAD

ILUSTRACIÓN 1 RESULTADOS EMITIDOS POR LSAIA

Proyecto 2.

Estudio de obtención de biomateriales a partir de residuos agrícola.

Actividad 2.1.

Obtención del plástico biodegradable a partir de la tusa de maíz (*Zea mays* L.).

Responsable: Ing. Wilmer Ponce Saltos

Colaboradores:

MSc. Eddie Zambrano Zambrano (Programa de Maíz EEP)

MSc. Ing. María Riera (Docente del Dpto. Procesos Químicos UTM).

Sr. Solórzano Vélez Junior Jesús (Tesisista UTM – Ingeniería Química)

Srta. Vargas Delgado María Ximena (Tesisista UTM – Ingeniería Química)

Antecedentes:

El maíz es una de las fuentes de ingresos y empleo de suma significación y según datos del SIPA (Sistema de Información Agropecuaria) un 4.09% de la superficie agrícola en Manabí corresponde a cultivos de maíz, equivalente a 90,479 ha, registrando una producción de más de 370,407 toneladas para el año 2020 (SIPA, 2020), llegando a mostrar considerables rendimientos a los obtenidos por el promedio nacional.(Marcillo, 2018).

Bajo estos antecedentes, es preciso recalcar que en la generación de la cadena de valor del maíz a nivel nacional y zonal, no se aprovecha en sutotalidad, en el caso del maíz amarillo duro, existen subproductos que no son considerados dentro de la cadena de valor, por ejemplo, el desarrollo de biocolorantes, bioalcoholes, bioplásticos, etc., y que estos son aprovechables de una manera integral, además de la cantidad de residuos de maíz que quedan después de las cosechas como hojas, tallo, tusa, etc., según Serrano et al., (2017), en el Ecuador se generan más de 100.000 toneladas de residuos por año, y en su mayoría son quemados, dejando un impacto negativo hacia el ambiente. En una indagación que realizó el Ministerio de Electricidad y Energías Renovable (MEER), actual Ministerio de Energía y Recursos Naturales No Renovables (MERNNR), en un estudio bioenergético, se determinó que por 115.878,18 toneladas de maíz duro se producen 52.145,18 toneladas de residuos, este resultado conlleva a calcular un potencial energético de 650,23 TJ de energía bruta en base a un año (MEER, 2014).

Dentro de los productos que se pueden aprovechar en los residuos de maíz, es la tusa que puede usarse como material para la elaboración de bioplástico ha tomado mayor relevancia en la última década como una solución de reemplazo al plásticoconvencional (Loor, y otros, 2019), Según los últimos datos recopilados por European Bioplastics en cooperación con el Nova-Institute, se prevé que la capacidad mundial de producción de bioplásticos aumente de alrededor de 2.11 millones de toneladas en 2020 a aproximadamente 2.87 millones de toneladas en 2025 (Bioplastics, 2020), para realizarlo se necesitan de productos plastificantes (almidón, glicerina, ácido acético y agua) (Loor & García, 2019).

Cada vez surgen más proyectos y empresas que fabrican productos de diversa naturaleza mediante sustitutos ecológicos, que compiten directamente con los productores de plástico. Este es quizá uno de los puntos más importantes ya que, potenciándolo, se podría incluso lograr reducir el impacto de producción del plástico convencional. Esta actividad

se ha realizado mediante el protocolo “Obtención del plástico biodegradable a partir de la tusa de maíz (*Zea mays* L.)”

Objetivos:

- Determinar el contenido de almidón y su rendimiento en la extracción a partir de las tusas del maíz.
- Analizar las características físico-químicas de la tusa y almidón extraído.

Metodología:

Fase 1

La tusa se tritura y minimiza su tamaño mediante un molino para muestras vegetales, por el cual se realizará la caracterización fisicoquímica de la tusa de maíz para tener el contenido para tener el contenido inicial de la materia prima en lo que respecta a: Humedad, proteína, fibra, grasa, cenizas, carbohidratos totales o Extracto Libre de Nitrógeno (ELN).

Contenido de humedad (AOAC 32.1.03)

La técnica por excelencia para cuantificar el contenido de humedad en una muestra, es la determinación gravimétrica. La misma se fundamenta en someter la muestra a calentamiento en una estufa y luego medir la pérdida de peso debido a la volatilización del agua (Pomeranz et al., 2000). La Association of Official Analytical Chemists (AOAC), reconoce esta técnica por el método oficial (32.1.03), para la determinación de humedad en alimentos sólidos y harinas (AOAC, 2006). Para su aplicación requiere de prolongados tiempos de secado en la estufa, entre 3 y 16 horas, dependiendo de la composición de la matriz y la temperatura empleada (Bradley, 2010), a través de la ecuación 1.

$$\%h = \frac{Pa}{Ps} * 100 \quad (1)$$

Donde:

$$Pa = Ph - Ps$$

%h = Contenido de humedad

Pa = Peso del agua que contiene una muestra

Ps = Peso del material seco

Ph = Peso de material húmedo

Contenido de cenizas (AOAC, 2000)

Este método analítico proporciona una estimación del material mineral presente en la muestra de almidón incluyendo metales, sales y trazas de elementos; se utiliza la pérdida gravimétrica por calentamiento (Aristizabál y Sánchez, 2007) En el cual se menciona que se debe de pesar aproximadamente 1,0 g de muestra en un crisol de porcelana que ha sido previamente lavado, secado en un horno y pesado para luego colocar el crisol de porcelana con la muestra en la mufla e incinerar a 550 °C durante tres horas y media,

enfriar el crisol y las cenizas en un desecador hasta tener peso constante, luego pesar el crisol con las cenizas y calcular la cantidad de cenizas mediante la ecuación 2.

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{\text{Peso de las cenizas (g)} * 100}{\text{Peso de la muestra (g)}} \quad (2)$$

Contenido de Fibra

Una muestra libre de humedad y grasa, se digiere primero con una solución acida y luego con una solución alcalina; los residuos orgánicos restantes, se recogen en un crisol filtro. La pérdida de peso después de incinerar la muestra, se denomina fibra cruda.

Contenido de Proteína

El nitrógeno de los compuestos orgánicos en presencia de ácido sulfúrico y catalizador es convertido en sulfato de amonio. La adición de exceso de hidróxido de sodio concentrado libera el gas amoníaco el cual es destilado y recogido en una solución de ácido bórico al 2.5 % en exceso, formándose el ion borato el que es titulado con ácido clorhídrico de normalidad conocida. La concentración de ion borato es proporcional a la de nitrógeno presente en la muestra. La Proteína cruda corresponde a la determinación de nitrógeno en una muestra y su relación matemática con el contenido de proteína.

Contenido de Grasa o extracto etéreo

La determinación de grasa en los ingredientes alimenticios se basa en su propiedad de ser solubles en solventes orgánicos, se usa un solvente orgánico el cual se calienta para que se volatilice, se hace pasar el solvente a través de la muestra, arrastrando consigo las sustancias solubles. El proceso descrito se repite en forma continua, hasta que no queden residuos de material extraíble en la muestra, posteriormente el solvente se destila y el material soluble permanece en el recipiente colector.

Carbohidratos

El porcentaje de carbohidratos se determinó por diferencia (Vera y Chavarría, 2020) aplicando la siguiente ecuación 3:

$$\% \text{ Carbohidratos} = 100 - \%H - \%C - \%G - \%P \quad (3)$$

Fase 2

Se utilizará el raquis de maíz para extraer el almidón, el cual se caracterizará antes de ser usado en la elaboración del bioplástico (Tabla 3).

Tabla 3. Caracterización del almidón

Variable independiente	Unidad medida	de	Método de determinación.
Humedad	%		Método de la AOAC 32.1.03
Contenido de Materia seca	%		Técnica de ICONTEC
Densidad aparente	g/ml		Técnica de Smith
Temperatura de gelatinización	°C		Técnica de Grace
Índice de solubilidad (ISA)	-		Técnica de Anderson
Índice de absorción de agua (IAA)	%		Técnica de Anderson
Poder de hinchamiento	-		Técnica de Anderson
Claridad de la pasta	%		Espectofotometría, Técnica de Craig
Contenido de almidón	%		Técnica de Mestres
Contenido de amilosa y amilopectina	%		Espectofotometría, Técnica ISO

Contenido de humedad (AOAC 32.1.03)

Ver fase 1.

Contenido de materia seca (Técnica de ICONTEC)

La pérdida en peso durante el período de calentamiento es considerado igual al contenido de materia seca (Aristizabál y Sánchez, 2007), que consiste pesar los crisoles vacíos, limpios y enfriarlos en un desecador, después de secar durante cinco horas en un horno a 80 °C (P1), luego pesar en el crisol vacío entre 20- 30 g de la muestra de almidón (P2). Colocar el crisol con la muestra de almidón en un horno a 80 °C durante 24 horas.

Se enfrían los crisoles con el almidón seco en un desecador hasta obtener peso constante (30-45 minutos) (P3). Pesar los crisoles con la muestra de almidón seca y calcular por medio de la ecuación 5.

$$\% \text{ materia seca} = \frac{100 * (P_3 - P_1)}{(P_2 - P_1)} * 100 \quad (4)$$

Densidad aparente

La densidad aparente del almidón puede ser determinada utilizando la relación entre el peso del almidón que ocupa un volumen conocido (Aristizabál y Sánchez, 2007), en el cual consiste en pesar la probeta graduada vacía, después de lo cual, adicionar cuidadosamente con una espátula la muestra de almidón a la probeta de 250 mL por medio de un embudo hasta que el volumen total sea libremente completado (Ecuación 5).

$$DAAS \left(\frac{g}{mL} \right) = \frac{1}{250mL} (PP+AS)g - PPVg \quad (5)$$

DAAS=Densidad aparente del almidón suelto.

PPB= Peso de la probeta

AS= Almidón suelto.

PPV= Peso de probeta vacío.

Temperatura de gelatinización (Grace, 1977)

Pesar 10 g de almidón (BS) disolver en agua destilada y completar a 100 mL.

Calentar agua en un vaso de precipitado de 250 mL a 85 °C.

Tomar 50 mL de la suspensión en un vaso de precipitado de 100 mL. y Introducir el vaso de precipitado con la muestra en el agua a 85 °C.

Agitar con el termómetro constantemente la suspensión de almidón hasta que se forma una pasta y la temperatura permanezca estable por unos segundos.

Leer directamente en el termómetro la temperatura de gelatinización.

Índice de solubilidad en agua (ISA), Índice de absorción de agua (IAA) y Poder de hinchamiento

- Pesar tubos de centrifuga secos a 60 °C.
- Pesar en los tubos 1,25 g de almidón (bs) y agregar exactamente 30 mL de agua destilada precalentada a 60 °C y agitar (sin excederse).
- Colocar en baño de agua a 60 °C durante 30 minutos; agitar la suspensión a los 10 minutos de haber iniciado el calentamiento.
- Centrifugar a temperatura ambiente a 4 900 RPM durante 30 minutos.
- Decantar el sobrenadante inmediatamente después de centrifugar (máximo un minuto después) y medir el volumen.
- Tomar 10 mL del sobrenadante y colocar en un vaso de precipitados de 50 mL (previamente pesado).
- Secar el sobrenadante en un horno durante toda la noche a 70 °C.
- Pesar el tubo de centrifuga con el gel.
- Pesar el vaso de precipitados con los insolubles.

IAA = Peso del gel (g) / Peso muestra (g) BS (Ec. 5)

ISA = Peso solubles (g) × V × 10 / Peso muestra (g) BS (Ec. 6)

PH= Peso del gel (g) / (Peso muestra (g) bs–Peso solubles (g)) (Ec. 7)

Claridad de la pasta

- Pesar en tubos de centrifuga 200 mg de almidón (BS).
- Suspender el almidón en 20 mL de agua destilada.
- Colocar los tubos en un baño de agua en ebullición durante 30 minutos.
- Agitar la suspensión cada cinco minutos.
- Después de pasados 30 minutos colocar la suspensión en cubetas del espectrofotómetro y dejar enfriar a temperatura ambiente.

- Leer el porcentaje de transmitancia a una longitud de onda de 650 nm, utilizando agua destilada como blanco.

Contenido de amilosa y amilopectina

- Preparación de la curva estándar de amilosa/amilopectina.
- Pesar 100 mg de muestra de amilosa y 100 mg de amilopectina en frascos volumétricos de 100 mL.
- Agregar a cada frasco 1 mL de etanol al 95 por ciento y 9 mL de hidróxido de sodio 1 N, tapar y dejar a temperatura ambiente entre 18-24 horas.
- Completar a 100 mL con agua destilada.

Preparar la curva estándar de acuerdo a los siguientes valores en la tabla 4:

Tabla 4. Valores para preparar la curva de la solución estándar.

Amilosa (%)	Amilosa (mL)	Amilopectina (mL)	NaOH 0,09N (mL)
0	0	18	2
10	2	16	2
20	4	14	2
25	5	13	2
30	6	12	2

En un frasco volumétrico de 100 mL que contenga 50 mL de agua destilada agregar una alícuota de 5mL de cada punto de la curva estándar, 1 mL de ácido acético 1 N y 2 mL de solución de yodo al 2 por ciento, mezclar bien y completar a volumen con agua destilada.

Almacenar los frascos bajo oscuridad durante 20 minutos y leer la densidad óptica a una longitud de onda de 620 nm.

El cálculo del contenido de amilosa se realiza directamente de la curva estándar y se expresa como porcentaje.

Contenido de almidón (Mestres, 1993)

El método se basa en la dispersión del almidón en medio acuoso, seguido de una hidrólisis enzimática parcial -obteniendo dextrinas- con α -amilasa termoestable, completando la hidrólisis con amilogucosidasa -obteniendo glucosa. La glucosa obtenida es cuantificada por colorimetría (Aristizabál y Sánchez, 2007).

Fase 3

Las caracterizaciones de la tusa como material de relleno se van a realizar como se lo expone en la tabla 5.

Tabla 5. Caracterización la tusa como material de relleno

Variable independiente	Método de determinación
Celulosa (%)	Método TAPPI T212
Lignina (%)	Método de Klason o Norma TAPPI T-222
Holocelulosa (%)	ASTM D-1104

Determinación de la lignina

La lignina es resistente a la hidrólisis ácida, fácilmente oxidable, soluble en bisulfito o álcalis caliente, y fácilmente condensable con fenoles o tioles; por lo que para su determinación se lleva a cabo un ataque ácido, cuantificando el residuo que queda después de la hidrólisis (Palacios, 2016). Se basa en la Norma TAPPI T-222 om-98 o método Klason en donde consiste

- Pesar 1 g de muestra y colocar en un vaso de precipitación de 50 ml.
- Preparar una solución de H₂SO₄ al 72 % a partir de una solución concentrada, y agregar 15 ml a la muestra pesada, mantener durante 2 horas en agitación constante.
- Vaciar la muestra en un vaso de precipitación de 1 L y realizar una disolución al 4 % de H₂SO₄ agregando agua destilada.
- Dejar en ebullición suave por 4 horas.
- Decantar y filtrar la muestra. Paralelamente pesar un crisol etiquetado, limpio y seco.
- Secar la muestra en una estufa a 105 ±3°C, Llevar a un desecador y determinar el peso hasta peso constante. (TAPPI: TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY, 2006)

Para la determinación del porcentaje de lignina se utiliza la siguiente fórmula (ecuación 8), basada en el peso del residuo que queda después de la hidrólisis ácida y secado de la muestra.

$$\% \text{ Lignina} = \frac{PM_f * 100}{PM_n} \quad (8)$$

Donde:

PMo: Peso de la muestra antes de la hidrólisis ácida y secado

PMf: Peso de la muestra después de la hidrólisis ácida y secado

- Determinación de la holocelulosa:
- Se determina aplicando el método ASTM D-1104 modificado, que radica en:
- Pesar 2 g de muestra y se colocó en un matraz cuello no esmerilado de 250 ml
- Llevar a baño María en un rango de temperatura de 75-85°C
- Tratar la muestra con 150 ml de agua, 0,2 ml de ácido acético glacial y 1 g de clorito de sodio, se tapa y se deja reposar durante 1 hora manteniendo la temperatura.

- Se vuelve a añadir 0,2 ml de ácido acético glacial muy frío y 1 g de clorito de sodio, y se repite este paso cada hora durante las siguientes 5 horas, o por lo menos hasta que la muestra se torne blanca.
- Colocar el matraz en un baño de hielo hasta alcanzar una temperatura de 10 ° C, y se filtra el contenido del frasco.
- Lavar la muestra con 500 ml de agua destilada fría, donde el residuo amarillo pasa a ser completamente de color blanco. Y paralelamente se lava, etiqueta, seca y pesa un crisol.
- Llevar la muestra al crisol y se deja secar a 105±3°C en una estufa, se ingresó la muestra en el desecador y finalmente se pesa en una balanza analítica hasta alcanzar peso constante.
- Se almacena para una posterior determinación de celulosa. (ASTM D1104-56, 1978)

Se calcula mediante la Ecuación 9, basada en el residuo seco que queda después del tratamiento con ácido acético y clorito de sodio y el secado en la estufa:

$$\% \text{ Holocelulosa} = \frac{PM_f \times 100}{PM_o} \quad (9)$$

Donde:

PMo: Peso de la muestra antes del tratamiento y secado

PMf: Peso de la muestra después del tratamiento y secado

Determinación de la celulosa:

Las propiedades más importantes de la celulosa se relacionan, en primer lugar, con la susceptibilidad de la molécula a la hidrólisis y, en segundo lugar, con su capacidad de absorber agua (Roberto Escobar Toledo, 2005). La separación de hemicelulosa y celulosa se hace en base a la solubilidad en solución acuosa al 17.5 % en peso de hidróxido de sodio (NaOH) (Palacios, 2016).

- Determinar por medio de la holocelulosa aplicando el método TAPPI T 212:
- Pesar 1 g de muestra tratada por la determinación de holocelulosa, colocar en un matraz de 100 ml y se lleva a baño de agua a 25°C.
- Preparar una solución de hidróxido de sodio al 17,5 % y se añade 10ml a la muestra. Se agita y se deja reposar por 5 min.
- Añadir 5 mL de hidróxido de sodio al 17,5 %, se agita y se deja reposar por 30 min.
- Añadir 30 mL de agua, se agita y se deja reposar durante 1 hora.
- Filtrar al vacío con un crisol de fondo poroso, previamente lavado, etiquetado, secado a 65°C y pesado.
- Se realiza lavados con una disolución de agua e hidróxido de sodio (30 mL de agua y 25 mL de hidróxido de sodio a 17,5 %).
- Posteriormente, se lava con 30 ml de agua, aplicando filtración al vacío y se agrega 5 ml de ácido acético al 10 % sin aplicar vacío y se deja reposar durante 3 min.
- Lavar con 50 ml de agua destilada, aplicando vacío.
- Llevar la muestra a una estufa para secarla a una temperatura de 65°C (la temperatura puede variar entre 60-85°C), se lleva al desecador y se pesó en una

balanza analítica hasta peso constante (TAPPI: TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY, 2002).

El cálculo necesario para la determinación de celulosa se expresa en la ecuación 10 basada en el peso inicial de la muestra y el peso del residuo seco después del tratamiento que recibió la muestra:

Resultados:

En la tabla 6, la tusa de maíz contiene elevadas cantidades de celulosa y de hemicelulosa, en donde facilitan la polimerización de un producto. El almidón de la tusa de maíz, los rendimientos tienen un promedio de 3,2%, que es bajo en relación a otros residuos, las otras cualidades para las biopelículas como densidad aparente, claridad de la pasta y la temperatura de gelatinización, son válidos para la formación de biopelículas (tabla 7).

Tabla 6. Análisis de la biomasa residual de maíz (tusa).

Tusa de maíz	M1	M2	M3	Promedio
Humedad	10,78	12,7	12,37	12,0
Cenizas	1,94	2,06	2,03	2,0
Grasas	16,49	19,82	27,63	21,3
Extraíbles	10,44	10,4	10,35	10,4
Celulosa	79,07	81,15	77,82	79,3
Lignina	4,26	6,75	7,81	6,3
Holocelulosa	170,41	103,89	138,92	137,7
Hemicelulosa	91,34	22,74	61,1	58,4

Tabla 7. Características del almidón de la tusa de maíz.

Almidón	M1	M2	M3	Promedio
Rendimiento	2,1	4,7	2,7	3,2
Densidad aparente	0,6	0,6	0,6	0,6
Claridad de la pasta	1,1	1,1	1,1	1,1
Temperatura de Gelatinización	66°C	65°C	70°C	67°C

Conclusiones:

La tusa en sus características físicoquímicas presenta potencial de uso para material bioplástico biodegradable.

Recomendaciones:

Seguir en el 2022 las investigaciones en este rubro.

Referencias bibliográficas:

- Anderson, R., Conway, H.F., Pheiser, V.F. y Griffin, E.L. (1969). Gelatinisation of corn grits by roll and extrusion cooking. *Cereal Science Today*, 14: 4-12.
- AOAC. (2000). Nitrogen (total) of flour. Association of Analytical Chemists International (AOAC). 7 ed. MD, Estados Unidos de América.
- AOAC. (2006). Solids (total) and Moisture in Flour – Air Oven Methods. Official Methods of Analysis of AOAC International. Chapter 32(1). Maryland: USA; 2006.
- Arrivillaga, C. H. (Noviembre de 2013). Síntesis y caracterización de bioplástico a partir de almidón de banano verde (*Musa sapientum* variedad Cavendish). Obtenido de Universidad de San Carlos De Guatemala Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia: http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/06/06_3523.pdf
- ASTM (1978). D-1104. Standard test method for holocellulose in wood. ASTM International. American Society for Testing and Materials. Philadelphia.
- ASTM (1995). D-828-95. Standard test methods for tensile properties of thin plastic sheeting () in: annual book of ASTM standards. American Society for Testing and Materials Philadelphia.
- Avilés, G. R. (2005). Polimeros biodegradables a partir del almidón de yuca. Obtenido de UNIVERSIDAD EAFIT: <https://core.ac.uk/download/pdf/47250396.pdf>
- Barber, M. L. (Julio de 2020). Sustitución del plástico por materiales vegetales. El caso de las vajillas desechables, Una revisión. Obtenido de Escuela Superior de Ingeniería y Tecnología: <https://riull.ull.es/xmlui/bitstream/handle/915/20646/Sustitucion%20del%20plastico%20por%20materiales%20vegetales.%20El%20caso%20de%20las%20vajillas%20desechables.%20Una%20revisi%C3%B3n..pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Bradley RL.(2010). Moisture and Total solids analysis. En: S. S. Nielsen. Food Analysis. Springer Science Business Media. p. 83-100.
- Bustamante R. y Peralta M. (2018). Repositorio Institucional de la Universidad de Guayaquil [En línea]. Available: <http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/28021/1/TESIS%20EDUARDO%20BUSTAMANTE%20Y%20BETHSABE%20PERALTA.pdf>
- Cao N., Fu Y. y He J. (2007). *Food Hydrocolloid*. 21, 1153.
- Castillo, M. A. (14 de Febrero de 2017). El cultivo de maíz ha sido constante los últimos años. Obtenido de Líderes : <https://www.revistalideres.ec/lideres/cultivo-maiz-constante-ecuador-produccion.html>
- Charro Espinosa, M. M. (2015). Obtención de plástico biodegradable a partir de almidón de patata. Quito, Ecuador: Universidad central del Ecuador.

- Cho, S. and C. Rhee. (2004). Mechanical properties and water vapor permeability of edible films made from fractionated soy proteins with ultrafiltration. *Lebensmittel-Wissenschaft Und- Technologie*, v. 37, n.8. 833–839 p.
- Craig, S.A.S., Maningat, C.C., Seib, P.A. y Hoseney, R.C. (1989). Starch Paste Clarity. *Cereal Chem.*, 66(3):173-182.
- Escobar R. (11 de 2005). Caracterización química de la madera del primer raleo de Pino Caribe. Biblioteca USAC. GUATEMALA. Obtenido de http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08_0947_Q.pdf
- Gontard, N., S. Guilbert and J. Cuq. (1992). Edible wheat gluten films: influence of the main processes variables on films properties using response surface methodology. *Journal of Food Science*, 57(1): 190-195 p. ICONTEC. 2002. Alimentos para animales. Yuca integral seca para consumo animal. NTC 3528. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC). Bogotá.
- Grace, M.R. (1977). Elaboración de la yuca. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO), Roma. 116 pp.
- INEC. (2016). Encuesta de superficie y producción agropecuaria continua . Obtenido de <http://www.ecuadorencifras.gob.ec/estadisticasagropecuarias-2/>
- ISO. (1987). Determination of the teneur in amylose. ISO 6647. International Organization for Standardization. Suiza.
- Loor, M. F., & García, V. V. (Diciembre de 2019). Aprovechamiento de los residuos de café (*Coffea arabica*) y maíz (*Zea mays*) para la elaboración de bolsas biodegradables, ESPAM MFL. Obtenido de Escuela Superior Politécnica Agropecuaria de Manabí Manuel Félix López: <http://repositorio.espam.edu.ec/bitstream/42000/1194/1/TTMA61.pdf>
- López, A., Rivas, J., Loaiza, M., Sabino, M. (2010). Degradación de películas plastificadas de quitosano obtenidas a partir de conchas de camarón (*L. vannamei*). *Revista de la Facultad de Ingeniería de Venezuela*, 25(2).
- Marcillo, B. R. (Agosto de 2018). Análisis de la producción de maíz en la provincia de Manabí y su aporte al desarrollo local. Periodo 2012-2017. Obtenido de Universidad de Guayaquil: <http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/34266/1/LOPEZ%20MARCILL O.pdf>
- Mestres, C. (1993). Comparison of various processes for making maize pasta. *J. Cereal Sci.*, 17: 277-290.
- Muños, J. (2014). Evaluación, caracterización y optimización de un bioplástico a partir de la combinación de almidón de maíz, yuca y glicerol en sus propiedades físicas y de barrera. Honduras. Obtenido de: <https://bdigital.zamorano.edu/bitstream/11036/3366/1/AGI-2014-T033.pdf>
- Palacios, M. (2016). Caracterización química de la biomasa procedente de las hojas, pseudotallo, raquis y pseudopecíolo de la planta de banano y su relación con el poder calorífico. Ecuador.

- Pomeranz YY, Meloan CE. (2000). Determination of Moisture. Food Analysis: Theory and practice. Maryland: Aspen Publishers. p. 575-601.
- Puentestar, A. D. (Abril de 2019). Presión de selección ambiental y diferencial de rendimiento de catorce cultivos alimenticios del Ecuador. Obtenido de Universidad Central del Ecuador: <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/18613/1/T-UCE-0004-CAG-089.pdf>
- Rosales, A. d. (Junio de 2016). Obtención de biopolímero plástico a partir del almidón de malanga (*Colocasia esculenta*), por el método de polimerización por condensación en el laboratorio 110 de la UNAN-Managua, Mayo -Abril 2016 . Obtenido de UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE NICARAGUA, MANAGUA: <https://repositorio.unan.edu.ni/2687/1/28212.pdf>
- Shiku, Y., P. Hamaguchi, S. Benjakul, W. Visessanguan and M. Tanaka. 2004. Effect of surimi quality on properties of edible films based on alaska pollack. Food Chemistry, V. 86, N. 4. 493-499 p.
- Smith, R.J. 1967. Characterization and analysis of starches. In Whistler, R.L. & Paschall, E. Starch: Chemistry and Technology. Vol II. Industrial Aspects. New York, Academia Press. p 593.
- TAPPI: Technical Association of the Pulp And Paper Industry. (2006). Acid-insoluble lignin in wood and pulp (Reaffirmation of T 222 om-02), (págs. 1-14).
- TAPPI: Technical Association of the Pulp And Paper Industry. (2002). One percent sodium hydroxide solubility of wood and pulp. T 212 om-02., (págs. 1-4).
- Vera, A., y Chavarría, M. (2020). Extracción y caracterización del almidón de papa (*Solanum tuberosum*) Variedad Leona Blanca. El Higo Revista Científica / Volumen 10. No. 02, pp. 26-34

Proyecto 3.

Validación de metodologías en el Laboratorio de Bromatología y Calidad

Actividad 3.1.

Extracción y caracterización físico química de almidón de camote (*Ipomoea batatas*) de la nueva variedad "INIAP Toquecita".

Responsable: Ing. Wilmer Ponce Saltos

Colaboradores:

Milton Alexander Giler Zamora (Egdo. Agroindustria ULEAM)

Ing. Gloria Cobeña Ruiz (Responsable Programa Yuca-Camote EEP)

Antecedentes:

El camote (*Ipomoea batatas*) o batata es una planta dicotiledónea rastrera; sus raíces son ricas en almidón (Tincopa, 2010). Esta planta herbácea presenta un tallo pubescente de color verde, verde bronceado y púrpura, las hojas tienen formas y colores variables incluso en una misma planta (Benavides, 2011). Considerado como un cultivo de "pequeños" agricultores, el camote crece en diferentes climas, condiciones, y los enemigos naturales de este cultivo son relativamente pocos (Macas, 2010).

La nueva variedad de camote liberara es la denominada INIAP Toquecita, la cual es introducida por el Instituto Nacional de Investigación Agropecuaria (INIAP). Toquecita es de una variedad de follaje denso y disperso, con tallos principales de 158cm de longitud los entre nudos son de 3 a 5cm y su diámetro oscila entre los 7-9cm, la forma de la raíz reservante es elíptica, el color predominante de la piel es anaranjado y carece de color secundario; la pulpa el color es anaranjado con intensidad intermedia y el color secundario es anaranjado más intenso distribuido en forma de anillos delgados en la corteza; presenta una madures de sus raíces entre los 90 a 120 días y sus rendimientos promedios están entre 21,5 Tm/ha y de follaje 19,4Tm/ha (Cobeña Ruiz et al., 2019).

El almidón es el carbohidrato de reserva de los vegetales, producto final de la fijación fotosintética del CO₂, formado por cadenas de D-glucosa como unidad básica, las cuales están unidas mediante enlaces glucosídicas, que constituyen a dos polisacáridos, uno es una molécula lineal de amilosa (20-30%) y el otro amilopectina una molécula ramificada (70-80%) (Zhou, et al., 2015). A nivel industrial, el almidón juega un papel vital en el desarrollo de productos alimenticios como materia prima y aditivo alimentario (Chel Guerrero et al., 2016). Se lo emplea como espesante, estabilizador o mejorador de textura; contribuye a la calidad de productos almacenados mejorando la retención de humedad y controlando la movilidad del agua (Abegunde et al., 2013).

Por lo cual el interés del trabajo se centró en la evaluación de las propiedades fisicoquímicas del almidón de la nueva variedad "INIAP Toquecita", para orientar su posible inserción en el ámbito industrial.

Objetivos:

Evaluar las propiedades fisicoquímicas del almidón de la nueva variedad "INIAP Toquecita".

Metodología:

Obtención de almidón

La materia prima utilizada dentro del estudio fue la nueva variedad de camote (INIAP Toquecita) liberada en el 2019 la cual se encuentra en la Estación Experimental del Instituto Nacional de Investigación Agropecuaria-Portoviejo (INIAP-P). El camote se sometió a un lavado para retirar la suciedad, posterior paso a un proceso de pelado en el cual se separó la cáscara dejando expuesta la pulpa y se procedió a pesar el fruto; por medio de la reducción de tamaño se permite liberar los gránulos de almidón contenidos en las raíces por medio de este proceso depende gran parte de la eficiencia de la extracción.

La extracción se procede a retirar el material fibroso de la lechada de almidón por medio de un colado para obtener un excelente extracto se recomienda efectuar un recolado (recirculación) con el objeto de retener las fibras finas que pudieron pasar a la lechada. La sedimentación se efectúa en una centrifuga permitiendo separar los gránulos contenidos en la solución. El proceso de secado se efectuó con una temperatura de 60°C durante 24 horas con el uso de una estufa, se pesa y se tamiza los tamices empleados son de tamaño estandarizado malla de 60,80 y 100µm; el almacenado se da posterior al tamizado se pesa el material y se conserva en lugares libres de humedad.

Caracterización del almidón

Se efectuaron los análisis fisicoquímicos sobre el almidón obtenido a partir del camote (INIAP Toquecita) dentro de las instalaciones del laboratorio de Bromatología y Calidad del Instituto Nacional de Investigación Agropecuaria-Portoviejo (INIAP-EEP) al almidón para conocer las características que presenta: contenido de ceniza (%C), índice de absorción de agua (IAA), índice de solubilidad de agua (ISA) y poder de hinchamiento (PH), materia seca (%MS), rendimiento de almidón (%Rend.Alm), amilosa (%Amilosa) y amilopectina (%Amilopectina), forma y tamaño a distintas temperaturas y temperatura de gelatinización (°C), los métodos empleados están basados por lo informado por AOAC (2000), Anderson et al. (1969), ICONTEC (2002), Grace (1977), ISO (2020).

Contenido cenizas (%C)

Se realizó tomando un 1g aprox. de almidón en un crisol de porcelana secado en un horno a temperatura de 550°C durante tres horas y media como lo expresa AOAC (2000), empleando la ecuación 1

$$\% C = \frac{\text{Peso de la ceniza (g)} \times 100}{\text{Peso de muestra (g)}} \quad (1)$$

Índice de absorción de agua (IAA), solubilidad en agua (ISA) y poder de hinchamiento (PH)

Se realizó en tubos de centrifuga con un peso de 1,25g de almidón y 30ml de agua destilada precalentada a temperaturas de 50°C, 60°C y 70°C; se colocaron en baño maría a temperatura de 60°C durante 30min, se centrifuga durante 30min a 4900RPM se decanta el sobrenadante, se procede al secado durante 24 horas a temperatura de 70°C y luego se procede al pesado como lo expresa Anderson et al. (1969), empleando las fórmulas 2-3-4

$$IAA = \frac{\text{Peso del gel (g)}}{\text{Peso muestra (g)bs}} \quad (2)$$

$$ISA = \frac{\text{Peso soluble(g)} \cdot \text{Volumen} \cdot 10}{\text{Peso muestra (g)bs}} \quad (3)$$

$$PH = \frac{\text{Peso del gel (g)}}{\text{Peso muestra (g)bs} - \text{Peso solubles (g)}} \quad (4)$$

Contenido de materia seca (%MS)

Se realizó tomando entre 20 a 30g de almidón, se colocó la muestra en el horno a temperatura de 80°C durante 24 horas, se enfrían entre 30 a 45 min en desecador y se pesan como lo ha expresado ICONTEC (2002), empleando la ecuación 5

$$\% MS = \frac{100 \cdot (P3 - P1)}{(P2 - P1)} \quad (5)$$

Donde:

P1: Peso del crisol vacío

P2: Peso del almidón

P3: Peso del crisol más almidón

Temperatura de gelatinización (°C)

Se realizó tomando 10g de almidón en base seca los cuales se disuelven en agua destilada, se calienta agua en un vaso precipitado de 250 ml hasta una temperatura de 85°C, se introdujo el vaso precipitado con almidón disuelto con agitación constante hasta que se formó un gel y se pudo leer la temperatura como lo expresa Grace (1977)

Tamaño de gránulo

Se realizó por medio de la vista de microscopio previamente calibrado con un calibrador de 1mm hasta 0,01mm, la especificación del lente fue de calibre Labumed RP Plan Achromat 10x/0,25/0,17 9144010; por medio de la ayuda del programa informático ImageJ se obtuvieron las imágenes de los gránulos de almidón, y se procede a la lectura.

Contenido de amilosa y amilopectina

Para determinar el porcentaje de amilasa (%Amilasa) y amilopectina (%Amilopectina) se utilizó la metodología de ISO (2020) "International Organization for Standardization ISO 6647-1"

Rendimiento del almidón

Se efectuó tomando la relación entre las masas del almidón obtenido y la pulpa empleada, empleando la ecuación 6

$$\%Rend = \frac{\text{Masa}_{\text{almidón}}}{\text{Masa}_{\text{camote}}} \times 100 \quad (6)$$

Resultados:

Caracterización del almidón

Dentro del proceso de la obtención del almidón de camote y por medio de los respectivos análisis fisicoquímicos, dentro de los parámetros de cenizas, materia seca y el rendimiento en la obtención de almidón son similares (tabla 8), el tamaño del gránulo de

almidón varía en relación a la temperatura que se somete reduciendo su tamaño (tabla 9), es evidente que los índices absorción de agua, solubilidad en agua y poder de hinchamiento varían en relación a la temperatura (Tabla 10).

Tabla 8. Análisis físicos del almidón de camote.

Parámetros	Muestras			
	1	2	3	Prom.
Cenizas (%)	0,42	0,52	0,52	0,49±0,06
Materia seca (%)	89,19	89,52	93,30	90,67±2,28
Rendimiento (%)	6,14	5,83	5,86	5,94±0,17
Temp. Geletinización (°C)	66	67	67	66,67±0,58

Tabla 9. Tamaño de los gránulos de almidón sometidos a diversas temperaturas.

Temp(°C)	Conteo	Tamaño(µm)	Forma
30°C	4527	55,0	
40°C	5441	52,0	
50°C	6724	29,9	
60°C	9166	15,7	
61°C	11427	14,3	Esféricos
62°C	13998	13,6	y ovalados
63°C	31668	5,4	
64°C	35017	5,4	
65°C	36029	4,6	
66°C	45604	2,6	

Tabla 10. Promedios y desviación estándar de los índices de absorción de agua, solubilidad de agua y poder de hinchamiento del almidón de camote INIAP Toquecita en varias temperaturas.

Temp (°C)	Índices (unidad g agua/g almidón)		
	IAA	ISA	PH
60°C	2,58±0,04	3,36±0,04	2,72±0,14
70°C	4,88±0,37	3,55±0,46	4,94±0,36
80°C	5,12±0,45	5,10±1,13	5,23±0,48

IAA: Índice de absorción de agua

ISA: Índice de solubilidad en agua

PH: Poder de hinchamiento

El contenido de amilosa y amilopectina presente en el almidón extraído del camote “INIAP Toquecita” sus resultados tiene una composición estable (tabla 11).

Tabla 11. Composición de Amilosa y Amilopectina del almidón de camote (INIAP Toquecita).

Muestra	Amilosa (%)	Amilopectina (%)
1	16,8	83,2
2	18,9	81,1
3	18,9	81,1
Promedio	18,2±1,2	81,8±1,2

Conclusiones:

El camote de la variedad “INIAP Toquecita” muestras buenas características fisicoquímicas para la extracción de almidón similares a las demás variedades existentes como el camote blanco y morado, contando con altos niveles de amilosa y amilopectina.

Recomendaciones: Este trabajando es la base para la formación de otros productos alimenticios.

Referencias bibliográficas:

- Abegunde, O., Mu, T.-H., Chen, J.-W., & Deng, F.-M. (2013). Physicochemical characterization of sweet potato starches popularly used in Chinese starch industry. *Food Hydrocolloids*, 33(1), pp. 169-177.
- Aguilar, V., & Villalobos, H. (2012). Harinas y almidones de yuca, ñame, camote y ñampí: propiedades funcionales y posibles aplicaciones en la industria alimentaria. *Tecnología en Marcha*, 26(1), pp. 37-45.
- Anderson, R., Conway, H., Pheiser, V., & Griffin, E. (1969). Gelatinisation of corn grits by roll and extrusion cooking. *Cereal Science Today*, Vol. 14, pp. 4-12.
- AOAC. (2000). *Ash of flour* (7 ma ed.). Estados Unidos de América: Association of Analytical Chemists International (AOAC).
- Benavides, A. (2011). El camote el valor nutricional y su uso en la repostería (Tecnólogo en Gastronomía). Ecuador : Universidad Técnica del Norte Ibarra.
- Chel Guerrero, L., Barbosa Martín, E., Martínez Antonio, A., González Mondragón, E., & Betancur Ancona, D. (2016). Some physicochemical and rheological properties of starch isolated from avocado seeds. *International Journal of Biological Macromolecules*, 86, pp. 302-308. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.01.052>

- Cobeña Ruiz, G., Cardenas Guillen, F. M., Zambrano, E., Cañarte Bermúdez, E., Mendoza García, A., & Limongi Andrade, R. (2019). Variedad de Camote Toquecita. Boletín. Portoviejo: INIAP, Estación Experimental Portoviejo. Obtenido de <http://repositorio.iniap.gob.ec/handle/41000/5456>
- Grace, M. (1977). Elaboración de la yuca. Roma: Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO).
- Guízar Miranda, A., Montañez Soto, J. L., & García Ruiz, I. (2008). Parcial caracterización de nuevos almidones obtenidos del tubérculo de camote del cerro (*Dioscorea* spp). Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha, 9(1), pp. 81-88.
- Hernández Medina, M., Torruco Uco, J. G., Chel Guerrero, L., & Betancur Ancona, D. (2008). Caracterización fisicoquímica de almidones de tubérculos cultivados en Yucatán, México. *Ciência e Tecnologia de Alimentost*, 28(3), pp. 718-726. doi:<https://doi.org/10.1590/S0101-20612008000300031>
- ICONTEC. (2002). Alimentos para animales. Yuca integral seca para consumo animal. Bogotá: Instituto Colombiano de Normas y Técnicas.
- ISO. (2020). Determination de la teneur an amylose ISO 6647-1. Suiza: International Organization for Standarization.
- Macas, P. (2010). Estudio del camote, usos y aplicaciones y propuesta gastronómica . Quito.
- Manzanillas Rojas, L. A. (2018). Evaluación de las propiedades fisicoquímicas y funcionales de féculas de tres variedades de camote (*Ipomoea batata*) para aplicaciones alimentarias. Trabajo de Titulación Proyecto de Investigación. Ambato, Ecuador: Universidad Técnica de Ambato.
- Tincopa, L. (2010). Establecimiento de un índice de genes de *Ipomoea batatas* (L) Lam. usando secuenciamiento 454 a partir de bibliotecas de DNA y desarrollo de de marcadores microsatélites. Lima, Perú: Universidad Nacional Mayor de San Marcos.
- Zhou, Y., Zhao, D., Winkworth-Smith, C., Foster, T., Nirasawa, S., & Tatsumi, E. (2015). Effect to a small amount of sodium carbonate on konjac glucomannan-induced changes in wheat starch gel. *Carbohydrate polymers*, 116, pp. 182-188.

ANEXOS:

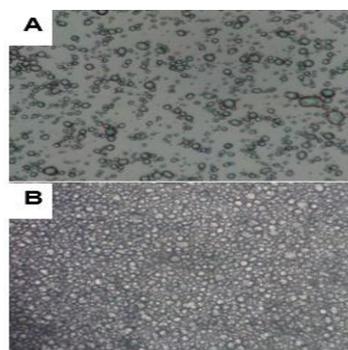


Imagen 1. Forma de los gránulos de almidón de camote “INIAP Toquecita”: A) gránulos de almidón a 30°C; B) gránulos de almidón a 66°C.

Actividad 3.2.

Evaluación y extracción química del aceite de las semillas de Maracuyá (*Passiflora edulis*).

Responsable: Ing. Wilmer Ponce Saltos.

Colaboradores:

Dr. Iván Samaniego Maigua (Dpto. Nutrición y Calidad EESC).

Ph.D. Gabriel Burgos (Docente UTM-Dpto. Procesos Químicos).

Egda. María Intriago (Tesisista UTM- Dpto. Procesos Químicos).

Antecedentes:

El cultivo de maracuyá se encuentra ampliamente distribuida en Ecuador especialmente en la región costa donde la mayor superficie cultivada de maracuyá se encuentra localizada en la franja costera del país que corresponde a las provincias de Esmeraldas, Manabí, Guayas, El Oro y Santo Domingo de los Colorados, la producción de maracuyá se da en todo el año, pero, se destaca en la temporada de verano, sobre todo en los meses de entre abril-septiembre y diciembre-enero, donde los niveles de producción son superiores al promedio, esto hizo que se cosecharan 8857 Tm, en 5688 ha de superficie sembrada en el año 2013 (Cañizares y Jaramillo, 2015).

Según el Sistema de Información Pública Agropecuaria (SIPA) del Ministerio de Agricultura y Ganadería (MAG), en el periodo enero-abril del 2021, en el territorio ecuatoriano se exportaron 4371 Tm en el periodo Enero-Abril 2021, de esto el 18% se exportó como fruta fresca, 7% como maracuyá congelada y 75% como jugo a Países Bajos, Estados Unidos, Israel, Canadá, China, Panamá, Colombia, Australia, Chile, España, Italia, República Checa, Filipinas, Alemania, Francia, Japón, Suiza, Reino Unido, y emiratos Árabes Unidos.

En la Estación Experimental Portoviejo, se liberó la Maracuyá Mejorada 2009, que fue obtenido través de una selección masal (Valarezo, 2009), con una producción aproximada de 13 t/ha (Álvarez et al.2018; Viera, 2020), en el cual se encuentra distribuida en varias provincias del litoral ecuatoriano, principalmente en la provincia de Manabí.

Bajo estos antecedentes, la maracuyá tiene una excelente acogida en el mercado nacional e internacional, de hecho, una parte de ella está destinada a la exportación. Sin embargo, esta actividad agroindustrial genera muchos desechos agroindustriales que provienen, básicamente, de las cáscaras y semillas del fruto y se estima que los residuos del procesamiento de maracuyá (cáscara y semilla) alcanzan entre 61 y 86% de la cantidad de fruta procesada, que pueden ser aprovechados para la obtención de algunos productos de interés en la industria, generando por esta vía un valor agregado y mitigando a su vez la contaminación ambiental, que se pueden generar cuando no son manejados adecuadamente. Entre los productos considerados de interés se encuentran: pectinas, aromas naturales y aceites vegetales, entre otros (Leao, K., Sampaio, K., Pagani, A., & Da Silva, M. 2014).

Algunas investigaciones se han enfocado en la obtención de aceite de la semilla de maracuyá por medio de diversos métodos que van desde los físicos como la extracción mecánica, químicos por medio del uso de solventes o fluidos supercríticos, y biológicos mediante la aplicación de enzimas. En esta investigación se empleará la extracción química por la aplicación de solventes para la extracción del aceite presente en la semilla

para la aplicación de la industria alimenticia o cosmética. Para ello se caracterizará la materia prima (semilla de maracuyá), así como el producto obtenido por medio de los parámetros físico-químicos.

Objetivos:

- 1) Validar y determinar la metodología más eficiente en la extracción de aceite de la semilla de maracuyá a través de n-hexano y etanol.
- 2) Caracterizar mediante análisis físicos y químicos el aceite extraído de la semilla de maracuyá.

Metodología:

Fase 1:

Para el cumplimiento del objetivo 1, se va ejecutar como lo describe la imagen 1, donde las semillas son producto de residuos de varias licorerías, restaurantes y mercados (extracción de jugo), estas son llevadas al secado solar, colocando 37 libra de semilla en una superficie plana de concreto. Se tritura la semilla formando una masa en una bolsa sellada elaborada de papel filtro, donde se va a definir los tiempos de rangos desde 1 hasta 5 horas, como lo concreta la norma ISO 659:2009 y Malacrida, y Jorge (2012) en la determinación de contenido de aceite en semillas. Definido el tiempo de extracción de aceite, se precisa a delimitar la cantidad de muestra que va en el sistema Soxhlet, llegando al peso en donde ya no exista variación cuyas cantidades van a iniciar con 2, 4, 8, 16 y 32g, entre ellos se escogió 3 para el estudio. Establecida la cantidad de masa, se procede a especificar la cantidad de solvente y tipo de solvente a utilizar, en la tabla 1, se expresan los tratamientos con diferentes volúmenes que se van a definir en el experimento, empezando con 150, 175 y 200 mL de los solventes mencionados hasta su ajuste posterior de igual manera con 3 volúmenes diferentes hasta ajustar el volumen adecuado de acuerdo a la tabla 12.

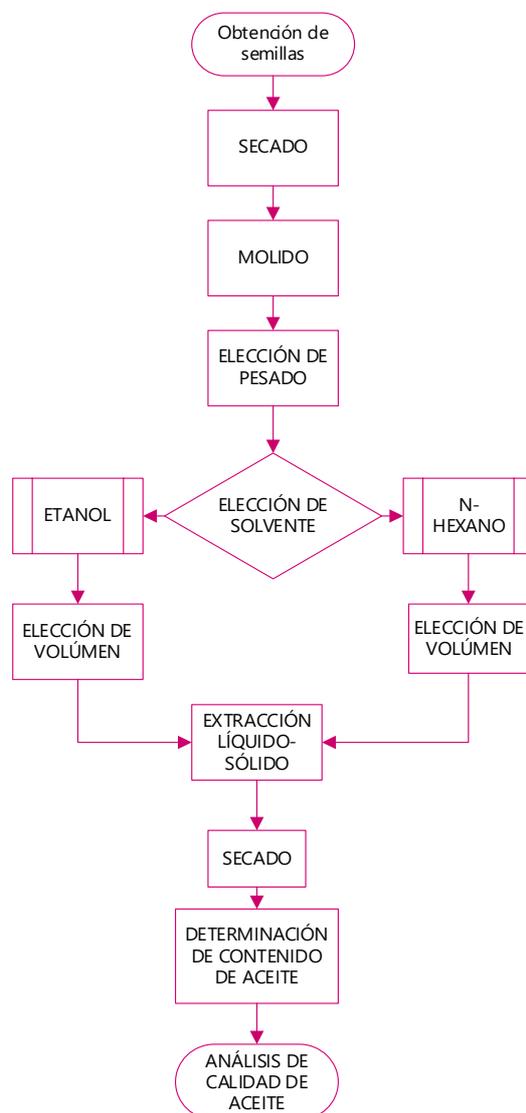


Imagen 2. Diagrama de extracción de aceite de semillas de maracuyá.

El análisis estadístico de los resultados se realizó a través de un diseño completamente al azar (DCA) con un arreglo factorial de $A \times B \times C$ cuyo esquema se presenta en la tabla 12, 13 y 14.

Tabla 12. Descripción de los tratamientos a estudiar.

Tratamiento(A)	Solvente(B)	Volumen(c)
T1	n-Hexano	150(1)
T2		175(2)
T3		200(3)
T1	Etanol	150(1)
T2		175(2)
T3		200(3)

Fase 2

Se analizó analizar la calidad del aceite a través de los parámetros: Ácidos grasos libres, Índice de peróxido, Índice de yodo, Densidad relativa, pérdida por calentamiento y perfil de ácidos grasos (Laboratorio de Nutrición y Calidad en la EESC).

Ácidos Grasos Libres: Se realiza mediante la norma AOCS Ca 5a-40, que consiste en tomar 7g de muestra, se agregan 50 ml de etanol neutralizado y con calentamiento hasta ebullición, se neutraliza con Na OH o K OH al 0.1N valorizado, mediante la fórmula que se presenta a continuación y se ejecuta el índice de acidez en ácido oleico:

$$\text{Índice de Acidez} = (C \times N \times 28,2) / PM \times 1,99$$

C= Consumo

N= Normalidad.

PM= Peso de Muestra.

28.2= Factor de ácido oleico.

Índice de Iodo: Se realizará mediante la norma AOCS Cd 1-25, el índice de yodo es una medida del grado de insaturación (números de dobles enlaces) de las grasas. Define como los gramos de yodo absorbidos por 100 g de grasa. Para su determinación la AOCS recomienda el método de Wijs. Se pesa aproximadamente 0.2g en una fiola, se agrega 10 ml de Cloroformo y 10 ml de solución Wijs, se deja reposar en un lugar oscuro durante 30 minutos, luego se añade 5mL de KI al 15% y 100 mL de agua, después se titula con Tiosulfato de sodio 0.1 N, y como indicador 1 mL de solución en alcohol de almidón al 5%.

$$\text{Índ. Iodo.} = ((V_b - V_m) \times N \times 56.1) / PM$$

V_b= volumen gastado para el blanco.

V_m= Volumen gastado para titular la muestra.

N= Normalidad.

PM= Peso de Muestra

Índice de Peróxidos (AOCS Cd 8-53): Indica en que extensión ha experimentado el aceite la rancidez oxidativa. Se define como mili equivalente de peróxido por Kg de grasa. El procedimiento se pesan 30 mL de Ácido acético/cloroformo, se añade 0.5 mL de solución saturada de KI, se reposan 2 minutos en la oscuridad y se agregan 30 mL de agua, titular con Tiosulfato de sodio, y como indicador solución alcohólica de almidón al 1%.

$$\text{Índ. Peróxidos} = (V \times N \times 1000) / PM$$

V_b= volumen gastado para el blanco.

V_m= Volumen gastado para titular la muestra.

N= Normalidad.

PM= Peso de Muestra

Determinación de la Densidad Relativa (Método del Picnómetro) NTN INEN 0035:2012.

1) Pesada del picnómetro: Pesar en la balanza analítica, con precisión de 0.000 1 g, el picnómetro vacío, limpio y seco, conjuntamente con sus partes (termómetro incorporado o tapón, según sea el caso). Registrar el resultado como m0.

2) Pesada del agua destilada: Llenar completamente el picnómetro limpio y seco con agua destilada recién hervida y enfriada a 20 °C, y sumergirlo en un baño de agua incorporado o el tapón, según sea el caso, evitando la inclusión de burbujas de aire, y secar el exterior del picnómetro con papel absorbente adecuado. Pesarlo en la balanza analítica, con precisión de 0.000 1 g y registrar el resultado como m1.

3) Pesada de la muestra: Se procede como se indica en el apartado 1 reemplazando el agua por la muestra de ensayo preparada según se indica en el apartado 2. Registrar el resultado como m2. Para calcular la densidad relativa, se lo realiza mediante la siguiente ecuación:

$$\rho = \frac{(m2 - m0)}{(m1 - m0)}$$

M0= Picnómetro vacío.

M1= Peso de Picnómetro con agua.

M2= Peso de Picnómetro con muestra.

Determinación de la pérdida por calentamiento (NTE INEN 0039:73), que cuya muestra es tomada con un peso de 5 g con aproximación 0,01g en un contenedor de vidrio, así mismo se registran el peso de los recipientes, para luego llevarlos a la estufa con una temperatura de 103 +/- 2 °C durante una hora, terminada esa función se enfría en un desecador y pesarlos, se repite la operación en la estufa hasta que el resultado de ambas operaciones no exceda los 0,002g, se procede a calcular con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ PPC} = \frac{M1 - M2}{M1 - M}$$

PPC: Perdida por calentamiento.

M: Peso del recipiente.

M1: Peso del recipiente más muestra antes.

M2: Peso del recipiente más muestra después.

Obtenido los resultados en %, se multiplica por 10000 para transformarlo en ppm.

Resultados:

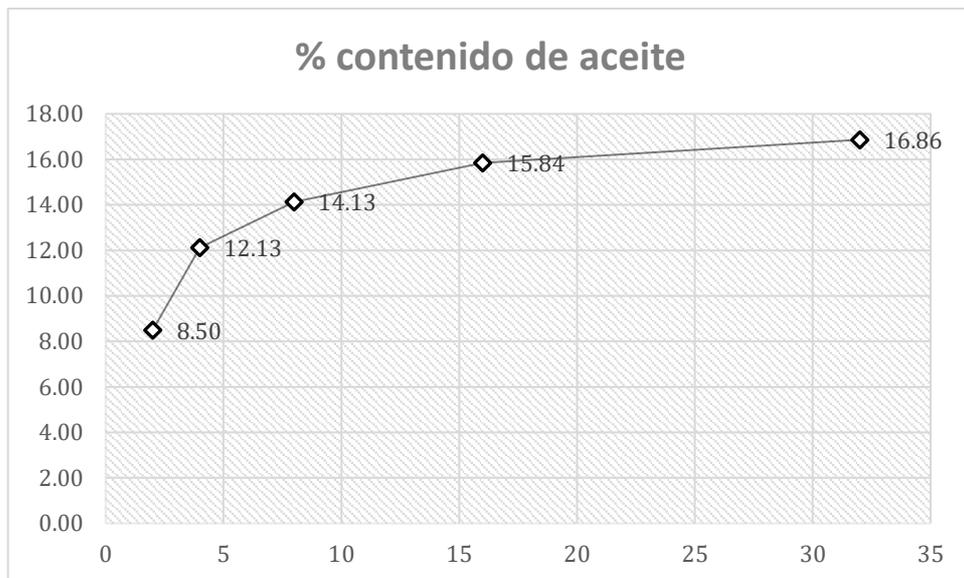


Imagen 3. Extracción de aceite de semilla de maracuyá en tiempo de 4 horas, solvente n-hexano (200 mL) y un peso aproximado de 2 de muestra.

En la imagen 3, refleja que en el tiempo de extracción de aceite, se precisa a delimitar la cantidad de muestra que va en el sistema Soxhlet, llegando al peso en donde ya no exista variación cuyas cantidades van a iniciar con 2, 4, 8,16 y 32g, entre ellos se escogieron 3 para el estudio (8,16 y 32 g).

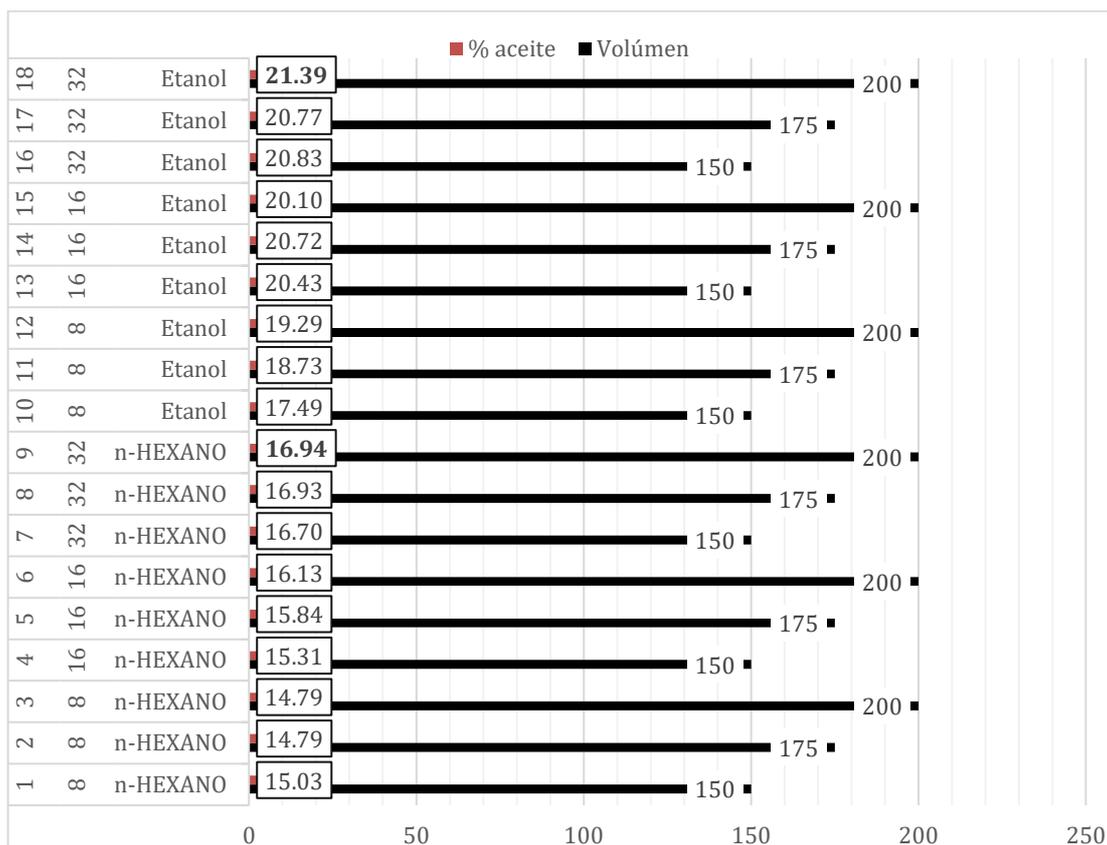


Imagen 4. Rendimientos de porcentaje de aceite en diferentes solventes y sus volúmenes y peso de semillas de maracuyá.

El contenido de aceite de las semillas de maracuyá en 32 g con el solvente etanol y n-hexano emitió resultados de 31,39% y 16,94% respectivamente (Imagen 4).

Tabla 13. Calidad de los extractos frente a normas de calidad nacional y Codex.

Análisis	Extracto	Extracción con solvente n-Hexano	
		NTE INEN 26:2012 (tabla 1)	CODEX STAN-19:2015
Rendimiento (%)	16,65±3,48	-	-
Pérdida por calentamiento (%)	1,23±0,01	X	-
Densidad relativa 25/25°C	1,11±0,02	X	X
Acidez libre (Ac. Oleico) (%)	0,16±0,04	✓	✓
Índice de acidez (mg de NaOH/g)	0,32±0,08	-	✓
Índice de yodo (cg/g)	125,91±1,4	✓	✓
Índice de peróxido (meqO ₂ /Kg)	8,83±1,40	✓	✓

Análisis	Extracto	Extracción con solvente Etanol	
		NTE INEN 26:2012 (tabla 1)	CODEX STAN-19:2015
Rendimiento (%)	32,53±16,19	-	-
Pérdida por calentamiento (%)	14,01±0,36	X	-
Densidad relativa 25/25°C	1,15±0,02	X	X
Acidez libre (Ac. Oleico) (%)	0,15±0,04	✓	-
Índice de acidez (mg de NaOH/g)	0,31±0,09	-	✓
Índice de yodo (cg/g)	128,74±0,34	✓	✓
Índice de peróxido (meqO ₂ /Kg)	10,63±0,12	X	✓

En comparación con las normas mencionadas en la tabla 13 y los resultados obtenidos dentro del proceso investigativo se reflejó que están en concordancia los rangos que se exponen en las normas ecuatoriana para aceite de girasol (NTE INEN 26:2012) y Codex alimentarius (CODEX STAN-19:2015) en lo que se encuentran ligeramente por encima de lo expresado siendo densidad relativa es mayor y dentro del margen nacional de calidad la pérdida de calentamiento es mayor lo cual es de mayor notoriedad para el extracto obtenido con etanol, dentro de los parámetros de acidez, acidez libre, índice de yodo e índice de peróxido están dentro de los rangos permisibles por las normas tanto dentro del contexto nacional en la cual se toma como referencia los requisitos para aceite comestible de girasol.

Conclusiones:

Al término de la extracción, se concluye que presentaron valores similares dentro de su caracterización fisicoquímica y frente a las normas de calidad NTE INEN 26:2012 tabla 1 de la misma y CODEX STAN-19:2015 permitieron establecer su posible uso dentro de la industria cosmética, química y demás al estar dentro de los rangos permisibles para los mismos, dando extractos de calidad y de excelentes rendimientos.

Recomendaciones:

Se enviaron a la Estación Experimental Santa Catalina del INIAP a realizar los análisis de cromatografía de gases para ver la comparación de ambos solventes.

Referencias bibliográficas:

- Álvarez, H., J. Pionce, J. Castro, W.Y. Viera, and A. Sotomayor. 2018. Densidades poblacionales y fertilización nitrogenada en maracuyá. Ecuador es Calidad: Rev. Cient. Ecuat. 5:1-6.
- AOCS. (2009). Ácidos grasos libres, métodos oficiales y prácticas recomendadas de la American Oil Chemists Society, 6ta. edición. EEUU: 6ta Edición.
- AOCS. (2009). Fósforo, métodos oficiales y prácticas recomendadas de la American Oil Chemists Society. En A. O. Society. EEUU: 6ta Edición.
- AOCS. (2009). Valor del Peroxido. En A. O. Chemists, Metodo del Acido acético cloroformo, metodos oficiales y practicas (págs. 8-53). EEUU: 6ta edición.
- Association of Official Analytical Chemistry AOAC. (2005). Official Methods of Analysis of AOAC International. 18th ed. William H, Latimer G, editors. Gaithersburg (MD): AOAC.
- Association of Official Analytical Chemistry . (02 de Marzo de 1990). Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemistry. 15ed Washington, 771 p. Recuperado de: <https://law.resource.org/pub/us/cfr/ibr/002/aoac.methods.1.1990.pdf>.
- Cañizares Chacín, A. E., & Jaramillo Aguilar, E. E. (2015). El cultivo de la Maracuyá en Ecuador. UTM: Machala, Ecuador.
- CODEX STAN-19. (2015). Norma para grasas y aceites comestibles no regulados por normas individuales. Norma internacional de alimentos-revisión. Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y Agricultura/Organización Mundial de la Salud.
- Leao, K., Sampaio, K., Pagani, A., & Da Silva, M. (2014). Odor potency, aroma profile and volatiles composition of cold pressed oil from industrial passion fruit residues. *Ind Crop Prod*, 58, pp. 280-286. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.04.032>
- ISO 659 (2009). ISO 659, Oilseeds – Determination of oil content (Reference method). EN ISO 659:2009.
- Malacrida, C. R., & Jorge, N. (2012). Yellow passion fruit seed oil (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*): physical and chemical characteristics. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 55(1), 127-134.
- NTE INEN 26. (2012). Aceite de girasol. Requisitos. Norma técnica ecuatoriana voluntar Quito, Ecuador: Instituto Nacional Ecuatoriano de Normalización.
- Norma Técnica Ecuatoriana. (1973). NTE INEN 0039.1973. Determinación de la pérdida por calentamiento.
- Norma Técnica Ecuatoriana. (2012). Determinación de la densidad relativa (método del Picnómetro). INEN 0035. 2012.
- SIPA. (2019). Sistema de Información Pública Agropecuaria del Ministerio de Agricultura y Ganadería. Consultado en: <http://sipa.agricultura.gob.ec/index.php/cifras-agroproductivas>.

SIPA. (Enero-Abril 2021). Sistema de Información Pública Agropecuria del Ministerio de Agricultura y Ganadería. Comercio Exterior. Consultado en: <http://sipa.agricultura.gob.ec/index.php/comercio-exterior>.

Valarezo C., A., Zambrano M., O., y Cañarte Bermudes, E. (2009). Maracuyá mejorada INIAP-2009. Portoviejo, Ecuador: INIAP, Estación Experimental Portoviejo. (Plegable Divulgativo no. 315).

Viera, W., Brito, B., Zambrano, E., Ron, L., Merino, J., Campaña, D., & Álvarez, H. (2020). Genotype x Environment interaction in the yield and fruit quality of passion fruit germplasm grown in the Ecuadorian Littoral. *International Journal of Fruit Science*, 20(sup3), S1829-S1844.

Actividad 3.3.

Validación de métodos de lignina y celosa de biomásas lignocelulósicas.

Responsable: Ing. Wilmer Ponce Saltos Mg.

Colaboradores:

MSc. María Antonieta Riera (Docente Departamentos de Procesos Químicos UTM).

Romero Moreira Alex (Tesisista UTM- Dpto. Procesos Químicos).

Vera Dueñas Miguel (Tesisista UTM- Dpto. Procesos Químicos).

Antecedentes:

La materia lignocelulósica es el producto agroindustrial de mayor abundancia. Sus fuentes son los bosques, cultivos agrícolas, residuos de cosechas y otros residuos industriales como residuos de la industria de la madera y los tableros, residuos de la industria del papel y el papel reciclado (Hernández Galindo, 2017). La biomasa lignocelulósica de origen vegetal, está constituida por tejidos de los vegetales cuya célula presenta una pared celular constituida a su vez por un entramado de microfibrillas de celulosa formando capas recubiertas de hemicelulosa y sobre las que se deposita la lignina (Lestari et al., 2009; Morales de la Rosa, 2015). La biomasa lignocelulósica se compone principalmente de tres biopolímeros: celulosa, hemicelulosa y lignina, cuya distribución varía dependiendo del tipo de planta (Bajpai, 2016). La caracterización de las biomásas lignocelulósicas generan resultados que contribuyen para la obtención de diversos productos, al ser un residuo con cantidades considerables de azúcares fermentables, presenta un alto contenido para la producción de jarabes azucarados (edulcorantes) y ácidos orgánicos, cuyo potencial se va investigando de acuerdo a las investigaciones y necesidades que se van requiriendo.

Objetivos:

Validar métodos de lignina y celosa de biomásas lignocelulósicas en el laboratorio de Bromatología y Calidad.

Metodología:

Para validar los métodos de lignina y celulosa, se realizaron los métodos diseñados por Domínguez et al., 2012.

Determinación de Celulosa: A diferencia de que se realizaron con diferentes pesos para ello se tomó 0,5g, 1g y 1,5g de muestra, se añadió 15mL de solución al 80% de ácido acético, 1,5mL de ácido nítrico y se llevó a agitación constante durante un tiempo de 20 minutos. La muestra tratada se filtró y se lavó con etanol, se secó en estufa a una temperatura de 100-105°C con un tiempo de 2 horas 30 minutos y se pesó (material A), se procedió a la incineración a 540°C (material B) se dejó secar en un desecador y se pesó (Ecuación 1), todo esta determinación se hizo una reproducibilidad de 5 días:

$$\%Celulosa = \frac{\text{materialA} - \text{materialB}}{\text{Pesodelamuestra}} \times 100 \quad (1)$$

Después se realizó con las mismas condiciones, pero, con modificación de temperatura de secado de 130±2°C en tiempo de una hora.

Determinación de Lignina: se tomó 0,5g, 1g y 1,5g de la muestra se añadió 70mL de solución al 1,5% de ácido sulfúrico y se llevó a agitación constante por 2 horas, se filtró y se lavó con agua destilada. A este material se la añadió 30mL de una solución al 72% de ácido sulfúrico a agitación constante durante 4 horas, la muestra tratada se filtró y se lavó con agua destilada, se secó en estufa a una temperatura de 100-105°C durante 120 minutos y se pesó (material C). Se procedió a la incineración a 540°C (material D), se dejó secar en un desecador y se precedió a pesar (Ecuación 2) todo esta determinación se hizo una reproducibilidad de 5 días:

$$\%Lignina = \frac{\text{materialC} - \text{materialD}}{\text{Pesodelamuestra}} \times 100 \quad (2)$$

Después se realizó con modificación de temperatura de secado de 100±5 del tiempo 2 horas a 130±2°C en el tiempo de una hora.

Resultados:

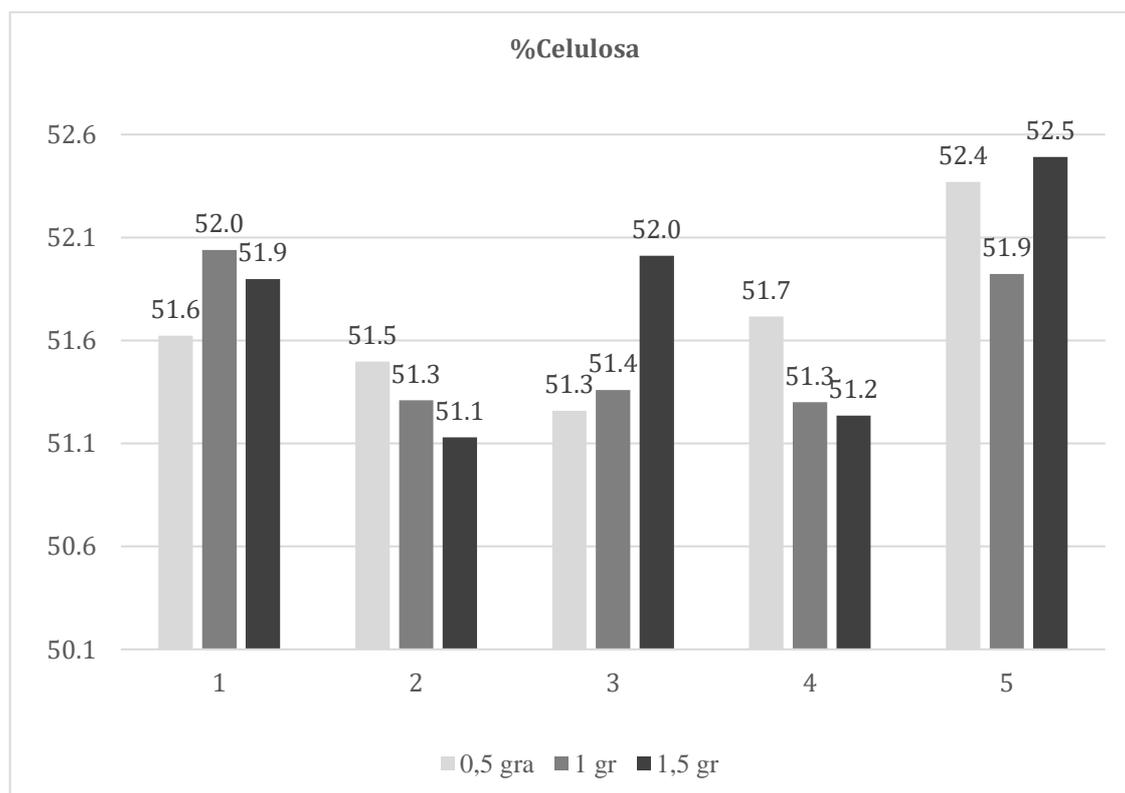


Imagen 5. Validación de metodología del contenido de celulosa en tres diferentes pesos.

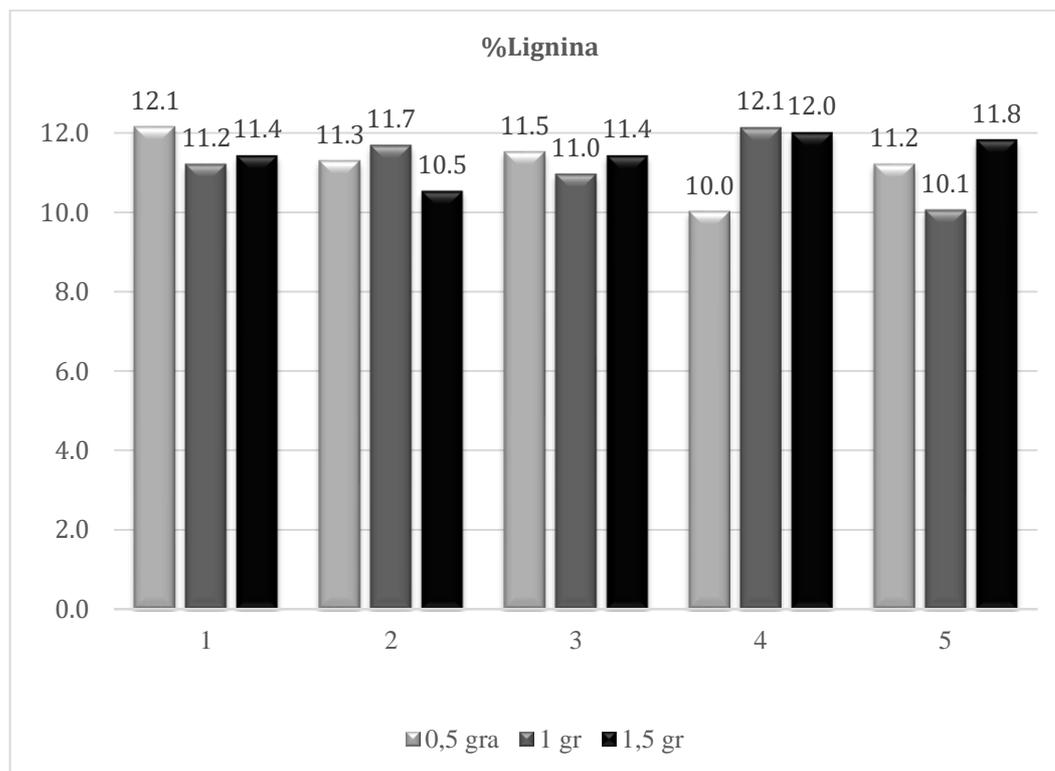


Imagen 6. Validación de metodología del contenido de lignina en tres diferentes pesos.

En la imagen 5, durante los 5 días, el peso de 1g no ha tenido mucha variación y se ha mantenido con un promedio de 51,6 +/-0,36%, mientras que en la imagen 6 el contenido de lignina 1,5g con un promedio de 11,4 +/-0,57%, en residuos de caña de azúcar. Según el informe efectuado por Ferrer et al., (2002) el contenido de lignina fue de 12,86±0,28%, y celulosa 52,25±0,34% respectivamente.

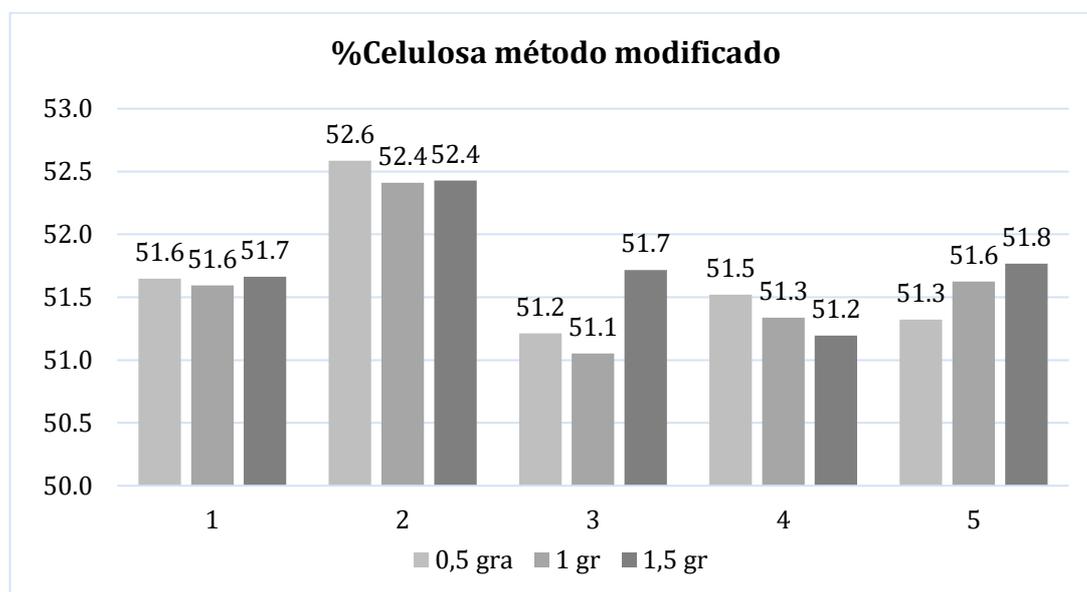


Imagen 7. Validación de metodología del contenido de celulosa en tres diferentes pesos, con diferencia de tiempo (1 hora) y temperatura ($130\pm 2^{\circ}\text{C}$).

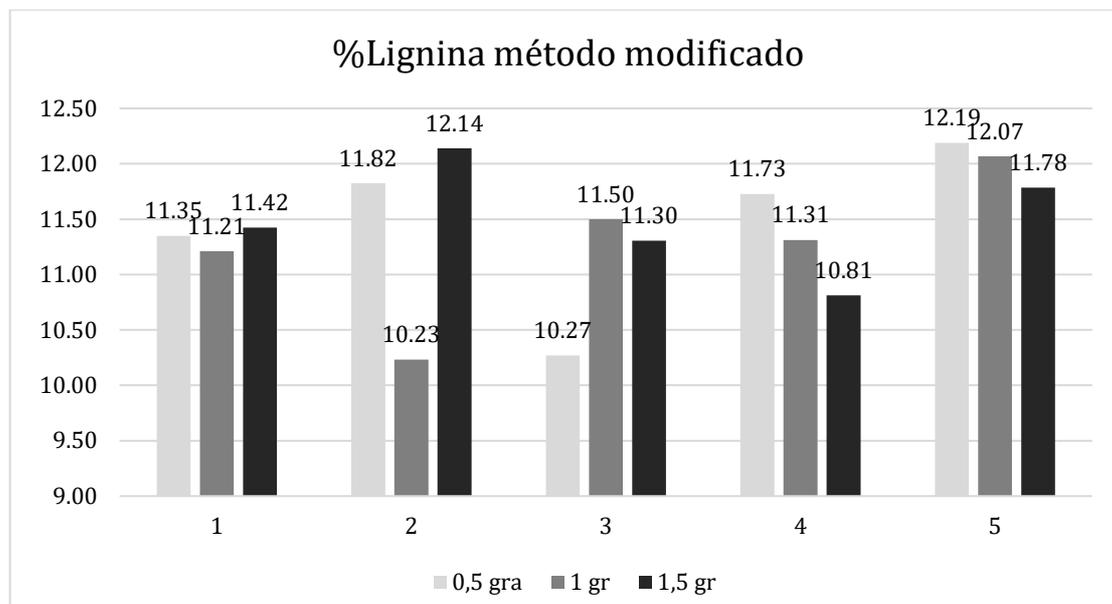


Imagen 8. Validación de metodología del contenido de lignina en tres diferentes pesos, con diferencia de tiempo (1 hora) y temperatura ($130\pm 2^{\circ}\text{C}$).

En la imagen 7, durante los 5 días, el peso de 1,5 g no ha tenido mucha variación y se ha mantenido con un promedio de $51,75 \pm 0,44\%$, mientras que en la imagen 8 el contenido de lignina 1,5g con un promedio de $11,49 \pm 0,50\%$ en residuos de caña de azúcar. Según el informe efectuado por Ferrer et al., (2002) el contenido de lignina fue de $12,86 \pm 0,28\%$, y celulosa $52,25 \pm 0,34\%$ respectivamente.

Conclusiones:

- En el contenido de celulosa en residuos de caña de azúcar, en el peso de 0,5g ha tenido menor desviación estándar a diferencia del modificado.
- En el contenido de lignina en residuos de caña de azúcar, el proceso modificado ha tenido menor desviación estándar a diferencia del que no ha tenido modificación.

Recomendaciones:

Se realice la validación con mayor rango de temperaturas y tiempo, y el uso de más materiales lignocelulósicos.

Referencias bibliográficas:

Bajpai, P. (2016). Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Biofuel Production. Springer Singapore.

Domínguez, M. M., Álvarez Castillo, A., Granados Baeza, M., & Hernández Campos, F. (2012). Estudio de la cinética del pretratamiento e hidrólisis ácida del bagazo de caña de azúcar. Revista Iberoamericana de Polímeros, 13(4), Pp. 202-203. Obtenido de: <http://www.observatorioplastico.com/ficheros/articulos/138613200207070735.pdf>

Ferrer, J. R., Páez, G., Arenas de Moreno, L., Chandler, C., Mármol, Z., & Sandoval, L. (2002). Cinética de la hidrólisis ácida de bagacillo de caña de azúcar. Revista de la Facultad de Agronomía, 19(1). Obtenido de http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0378-78182002000100003

Hernández Galindo, C. (2017). Obtención de bioetanol a partir de hidrolizados de residuos de fruta. Oviedo: Universidad de Oviedo.

Lestari, S., Mäki Arvela, P., Beltramini, J., Lu, G., & Murzin, D. (2009). Transforming Triglycerides and Fatty Acids into Biofuels. ChemSusChem, 2, pp. 1109-1119.

Morales de la Rosa, S. (2015). Hidrólisis ácida de celulosa y biomasa lignocelulósica asistida con líquidos iónicos. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid.

ANEXOS:

Sin modificaciones (tiempo, concentración y temperatura) para bagazo de caña																		
Análisis de celulosa																		
1 gramo					0,5 gramos					1,5 gramos								
peso mues	peso orisol	peso A	peso B	% celulosa	Cías	peso mues	peso orisol	peso A	peso B	% celulosa	Cías	peso mues	peso orisol	peso A	peso B	% celulosa	Cías	
4	1.0004	18,2479	0,552	0,0314	52,04	1	0,5023	17,8566	0,2639	0,0046	51,62	1	1,502	19,4223	0,8067	0,0272	51,90	51,6
5	1.0037	18,3646	0,5305	0,055	51,31	2	0,5078	18,1632	0,2692	0,0078	51,60	2	1,5054	20,1721	0,7972	0,0275	51,13	51,5
6	1.001	18,6252	0,5236	0,055	51,36	3	0,5006	18,3556	0,2612	0,0046	51,28	3	1,5018	19,6997	0,812	0,0301	52,01	51,3
7	1.0053	20,46187	0,52203	0,0108	51,30	4	0,501	18,9377	0,2672	0,0081	51,72	4	1,5011	18,4091	0,8103	0,0412	51,24	51,7
8	1.0092	18,7493	0,5462	0,0222	51,92	5	0,5043	18,8192	0,2667	0,0226	52,37	5	1,5077	19,7501	0,8212	0,0298	52,49	51,3
10					51,69						51,69						51,75	52,4
11					0,36						0,42						0,57	51,9
12																		52,5
Análisis de lignina																		
1 gramo					0,5 gramos					1,5 gramos								
peso mues	peso orisol	peso C	peso D	% lignina	Cías	peso mues	peso orisol	peso C	peso D	% lignina	Cías	peso mues	peso orisol	peso C	peso D	% lignina	Cías	
14	1.0018	18,3841	0,254	0,0131	11,21	1	0,5067	18,544	0,0758	0,043	12,14	1	1,5012	17,4075	0,1847	0,0132	11,42	12,1
15	1.079	18,4503	0,145	0,0189	11,69	2	0,5005	18,4168	0,0734	0,0169	11,29	2	1,5093	18,8341	0,1747	0,0158	10,53	11,3
16	1.0034	18,3425	0,1304	0,0204	10,96	3	0,5082	18,2476	0,0781	0,0186	11,51	3	1,5002	17,5069	0,183	0,0106	11,43	11,5
17	1.009	18,0256	0,1353	0,0229	12,13	4	0,5074	18,3565	0,0733	0,0225	10,01	4	1,5059	18,5375	0,1854	0,0046	12,01	11,0
18	1.0109	18,3781	0,1118	0,0101	10,06	5	0,5036	18,7034	0,0729	0,0185	11,20	5	1,5037	18,375	0,1863	0,0085	11,82	11,2
20					11,21						11,23						11,44	10,1
21					0,78						0,77						0,57	11,8
22																		11,4
23																		10,5
24																		11,43
Modificación de temperatura de secado de 100,5 a tiempo 230° a 100,2 en tiempo de T, concentración y tiempo de contacto invariables en residuo lignocelulósico																		
Análisis de celulosa																		
1 gramo					0,5 gramos					1,5 gramos								
peso mues	peso orisol	peso A	peso B	% celulosa	Cías	peso mues	peso orisol	peso A	peso B	% celulosa	Cías	peso mues	peso orisol	peso A	peso B	% celulosa	Cías	
28	1.003	18,8529	0,5381	0,076	51,60	1	0,5011	18,2478	0,2703	0,0185	51,65	1	1,503	18,7637	0,8175	0,041	51,66	51,6
29	1.0082	18,2158	0,5551	0,0267	52,41	2	0,5005	18,4503	0,2621	0,0189	52,59	2	1,5001	20,363	0,8103	0,0308	52,43	52,6
30	1.0017	18,3546	0,5273	0,0189	51,05	3	0,5034	18,3776	0,2777	0,0189	51,21	3	1,5057	18,3173	0,81	0,0823	51,72	51,2
31	1.0049	18,2492	0,536	0,0201	51,24	4	0,5068	18,3546	0,2793	0,0182	51,52	4	1,5093	20,5914	0,7844	0,0117	51,20	51,5
32	1.0009	18,4197	0,5441	0,0274	51,62	5	0,5029	18,7382	0,2781	0,02	51,32	5	1,5077	17,7349	0,8654	0,0849	51,77	51,3
34					51,60						51,68						51,75	51,6
35					0,51						0,55						0,44	51,8
Análisis de lignina																		
1 gramo					0,5 gramos					1,5 gramos								
peso mues	peso orisol	peso C	peso D	% lignina	Cías	peso mues	peso orisol	peso C	peso D	% lignina	Cías	peso mues	peso orisol	peso C	peso D	% lignina	Cías	
38	1.0018	18,3841	0,254	0,0131	11,21	1	0,5067	18,544	0,0718	0,043	11,36	1	1,5012	17,4075	0,1847	0,0132	11,42	11,35
39	1.0065	18,4792	0,1323	0,0293	10,23	2	0,5015	18,0534	0,0764	0,0171	11,82	2	1,5057	18,4532	0,1803	0,0155	12,14	11,82
40	1.0097	18,8897	0,1298	0,0137	11,50	3	0,5083	18,3902	0,0896	0,0373	10,27	3	1,5003	20,4571	0,1804	0,0108	11,30	10,27
41	1.0033	18,8346	0,1263	0,0128	11,31	4	0,5039	18,9858	0,0739	0,0148	11,73	4	1,5086	18,4582	0,1853	0,0222	10,81	11,30
42	1.0052	18,5729	0,1306	0,0183	12,07	5	0,5005	18,4529	0,0854	0,0244	12,19	5	1,5037	18,7025	0,1802	0,013	11,78	11,73
44					11,26						11,47						11,49	12,07
45					0,66						0,74						0,50	12,14
46																		11,30
47																		11,78

