

Caracterización de pectina de mango ataulfo (*Manguifera indica* L.) mediante espectroscopía de absorción en infrarrojo con transformada de Fourier

LINARES-GARCÍA, José Antonio†, PALENCIA-SARMIENTO, Carlos Alberto, PASCUAL-RAMÍREZ, Juan, ESPINOSA-ENRÍQUEZ, José Luis

jlinares@unca.edu.mx

Recibido Julio 27, 2015; Aceptado Enero 18, 2016

Resumen

Caracterización de pectina de mango ataulfo (*Manguifera indica* L.) mediante espectroscopía de absorción en infrarrojo con transformada de Fourier.

El objetivo del presente estudio fue desarrollar una correlación que permita calcular el porcentaje de metoxilación de pectinas de cáscara de mango ataulfo a partir del espectro de absorción en infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR), para lo cual se hidrolizó químicamente un extracto de pectina de mango hasta diferentes grados de metoxilación, se usó un dispositivo de reflectancia total atenuada (ATR) que permitió analizar el polvo de pectina directamente sin el uso de KBr. Se tomó en cuenta el área de los picos de absorción a 1630 y 1740 cm^{-1} como indicadores de los ácidos galacturónicos no esterificados y esterificados con metanol respectivamente.

Como contribución se obtuvo una ecuación que permite calcular el grado de metoxilación de la pectina de cáscara de mango específicamente y que tiene una correlación superior a 0.98.

Palabras clave: FT-IR, pectina, metoxilación, mango ataulfo.

Abstract

Characterization of the pectin of ataulfo mango (*Manguifera indica* L.) using Fourier transform infrared spectroscopy.

The objective of this study was to develop a correlation to calculate the percentage of methoxylation of ataulfo mango peel pectin from the absorption spectrum of infrared Fourier transform (FT-IR), for which pectin extract of mango was chemically hydrolyzed to different degrees of methoxylation, an attenuated total reflectance device was used (ATR), which allowed analyzing the pectin powder directly without the use of KBr. The area of absorption peaks at 1630 and 1740 cm^{-1} was used as indicator of the galacturonic acids unesterified and esterified with methanol respectively.

The contribution is an equation that allows to calculate the degree of methoxylation of pectin from mango peel specifically and a correlation above 0.98 was obtained.

Keywords: FT-IR, pectin, methoxylation, mango ataulfo.

Citación: LINARES-GARCÍA, José Antonio†, PALENCIA-SARMIENTO, Carlos Alberto, PASCUAL-RAMÍREZ, Juan, ESPINOSA-ENRÍQUEZ, José Luis, Caracterización de pectina de mango ataulfo (*Manguifera indica* L.) mediante espectroscopía de absorción en infrarrojo con transformada de Fourier. Foro de Estudios sobre Guerrero, Noviembre de 2015.

Mayo 2015 – Abril 2016, 2-3:61-64

*Correspondencia al Autor (Correo Electrónico: *jlinares@unca.edu.mx*)

† Investigador contribuyendo como primer autor.

Introducción

La determinación del grado de metoxilación es muy importante para las pectinas pues define la funcionalidad del biopolímero, las opciones para esta determinación son la titulación ácido-base o la liberación alcalina del metanol y posterior medición por cromatografía o resonancia magnética nuclear, ambos métodos tienen como desventajas la complejidad de los procedimientos y ser destructivos para la muestra (Fissore *et al.*, 2013; Zhang y Mu 2011). La espectroscopia de absorción en infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) es una técnica de análisis instrumental no destructiva, que permite realizar análisis de compuestos de una forma rápida y precisa. La radiación infrarroja genera distintos estados vibracionales y rotacionales en ciertas especies moleculares que macroscopicamente denotan pequeños cambios de energía que mide el equipo, el desarrollo de instrumentos, al usar un accesorio para transferencia total atenuada (ATR), es posible realizar la determinación directamente sobre el polvo de pectina, evitando el uso de KBr que normalmente es necesario para muestras sólidas. El uso rutinario de FT-IR podría disminuir el costo y tiempo en el análisis de pectinas.

Problema a solucionar:

La determinación de grado de metoxilación en pectinas se realiza por métodos que destruyen la muestra, son complejos y tardados.

Hipótesis central:

Si la técnica de FT-IR analiza grupos funcionales en tiempos relativamente cortos sin destruir la muestra, es posible hallar una correlación para cuantificar grado de metoxilación en pectina de cáscara de mango ataulfo que preserve la muestra y sea rápida.

Metodología a desarrollar

Obtención del extracto

La pectina de alto metoxilo de cáscara de mango (PAMM) se obtuvo por hidrólisis con ácido cítrico de cascará de mango deshidratada (1% p/v, a ebullición, 30 min) y posterior precipitación con etanol (1:2, 96 °GL) se secó bajo corriente de aire a temperatura ambiente, se molió y se almacenó en envase cerrado hasta su análisis (Chen *et al.*, 2014).

Desmetoxilación química

Se preparó una solución de PAMM al 1.25% a temperatura ambiente, se agrega NaOH 0.25 N ($2\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, pH 11.5) con agitación constante hasta obtener diferentes valores de metoxilación, se frena la reacción con HCl, posteriormente se adicionó etanol 96 °GL (1:2) para precipitar, se secaron bajo corriente de aire a temperatura ambiente, luego se molió y se tamizó y se almacenaron en un frasco tapado.

Análisis químicos

Ácido galacturónico por el método espectrofotométrico de determinación cuantitativa de ácidos urónicos (Blumenkrantz y Asboe-Hansen, 1973), que se basa en la hidrólisis con ácido sulfúrico y posterior reacción cromogénica con m-hidroxidifenil para dar un compuesto colorado que tiene un máximo de absorbancia a la longitud de onda de 520 nm. Humedad por el método 37.1.10 del AOAC (1997) El grado de metoxilación se determinó con el método de titulación ácido base de Schultz, (1965),

Análisis FT-IR

Para el análisis se usó un espectrómetro FT-IR marca Bruker modelo Tensor 27 y un accesorio ATR Platinum con reflectancia simple y cristal de diamante. Cada espectro obtenido fue el LINARES-GARCÍA, José Antonio†, PALENCIA-SARMIENTO, Carlos Alberto, PASCUAL-RAMÍREZ, Juan, ESPINOSA-ENRÍQUEZ, José Luis, Caracterización de pectina de mango ataulfo (*Manguijera indica* L.) mediante espectroscopía de absorción en infrarrojo con transformada de Fourier. Foro de Estudios sobre Guerrero

Artículo**ALIMENTOS**

promedio de 16 escaneos con una resolución de 4 cm^{-1} en un intervalo de 400 a 4000 cm^{-1} con un espectro background antes de cada análisis

Las bandas que se relacionan con la determinación del grado de metoxilación son las que aparecen a 1630 cm^{-1} (vibración de tensión de los ácidos galacturónicos no metoxilados) y a 1740 cm^{-1} (vibración de tensión de los ácidos galacturónicos metoxilados), el grado de metoxilación se obtuvo de dividir la sumatoria de intensidades de absorbancia a 1740 cm^{-1} entre la sumatoria de intensidades de absorbancia a 1630 cm^{-1} + 1740 cm^{-1} ($A_{1740}/(A_{1740}/A_{1630})$). Para el análisis de intensidades se usó el software Opus 7.2.

Resultados

Obtención del extracto y análisis químico

La PAMM obtenida tenía una pureza de 67.7 % de ácido galacturónico, un grado de metoxilación de 76.7 % y 7.3 % de humedad.

Desmetoxilación química

Apartir de la reacción química con NaOH se obtuvieron muestras con 62, 53, 40 y 28 % de grado metoxilación.

Análisis FT-IR

En los gráficos 1 y 2 se muestran los espectros FT-IR de la pectina antes y después de la hidrólisis con NaOH.

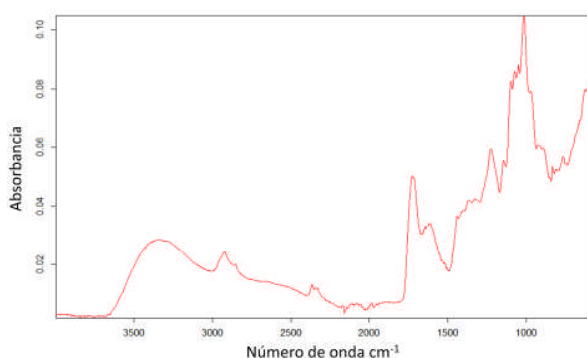


Gráfico 1. Espectro FT-IR de pectina de alto metoxilo de mango (PAMM)

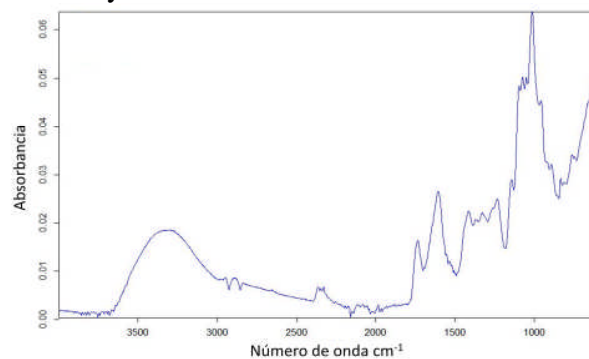


Gráfico 2. Espectro FT-IR de pectina de bajo metoxilo de mango (PBMM)

Como se puede observar en las gráficas, la intensidad de los picos a 1740 y 1630 cm^{-1} se invierte después de la reacción con NaOH, como corresponde al proceso de desmetoxilación. La relación que guarda el grado de metoxilación de las pectinas con la relación de áreas ($A_{1740}/(A_{1740}/A_{1630})$) se puede ver en el gráfico 3 el cual presenta un buen ajuste al modelo lineal con un coeficiente de correlación superior a 0.98.

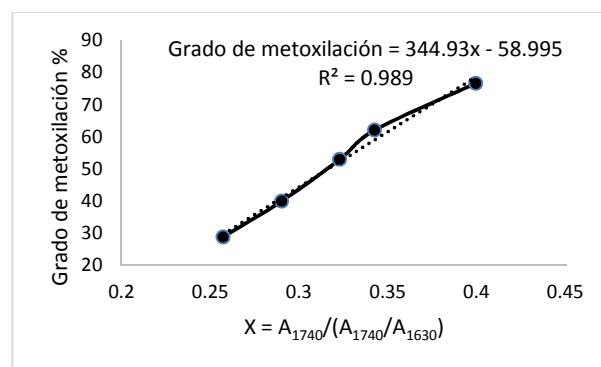


Gráfico 3. Correlación lineal entre $A_{1740}/(A_{1740}/A_{1630})$ y el grado de metoxilación para la pectina de cáscara de mango ataulfo.

Manrique y Lajolo (2002) obtuvieron un modelo también lineal con la ecuación $MED = 124.7 X + 2.2013$, usando ácido poligalacturónico y pectina estándar, y es posible que en ello radique parte de la diferencia con la ecuación obtenida en este trabajo, ya que los extractos pectínicos pueden

Artículo**ALIMENTOS**

ser muy variables dependiendo del origen y ello puede generar sensibles variaciones.

Conclusiones

En el presente trabajo se pudo obtener una ecuación que permite calcular el grado de metoxilación de las pectinas de cáscara de mango ataulfo a partir del espectro de absorción en infrarrojo con Transformada de Fourier. Lo cual puede ser de mucha utilidad en los análisis de rutina de esta materia prima y permitir el ahorro de reactivos, tiempo y esfuerzo en la medición de dicho parámetro.

Referencias

AOAC. (1997) Official Methods of Analysis. (16th ed., Association of Official Analytical Chemists, 37 Pp. 4-5). Washington D. C, USA

Chen, Y., Zhang, J. G., Sun, H. J. & Wei, Z. J. (2014). *Pectin from Abelmoschus esculentus: Optimization of extraction and rheological properties*. International Journal of Biological Macromolecules, 70, 498–505.

Fissore, E. N., Rojas, A. M., Gerschenson, L. N. & Williams P. A. (2013). *Butternut and beetroot pectins: Characterization and functional properties*. Food Hydrocolloids, 31, 172-182.

Manrique, G. D. & Lajolo, F. M. (2002). FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 25, 99-107

Schultz, T. H., (1965). *Determination of the degree of esterification of pectin, determination of the ester methoxyl content of pectin by saponification and titration*. In "Methods in carbohydrate Chemistry" Vol. 5, 189. Academic Press, New York.

Zhang, C., Mu, T., (2011). *Optimisation of pectin extraction from sweet potato (Ipomoea batatas, Convolvulaceae) residues with disodium phosphate solution by response surface*

Foro de Estudios sobre Guerrero

Mayo 2015 – Abril 2016 Vol.2 No.3 83-86
method. International Journal of Food Science & Technology. 46, 2274-2280.