

## EXTRACCIÓN DE PECTINAS DE *VITIS LABRUSCA* CV. CONCORD PARA PRODUCIR JALEAS<sup>1</sup>

### PECTIN EXTRACTION FROM *VITIS LABRUSCA* CV. CONCORD FOR MAKING JELLIES

Claudio Fredes Monsalves<sup>2</sup>; Nelson Loyola López<sup>2</sup>; Juan Carlos Muñoz Cruz

#### RESUMEN

Se investigó el procesamiento de *Vitis labrusca* cv. *Concord* para extraer pectinas y producir jaleas de calidad. La uva fue cosechada en la Región del Maule y procesada en el laboratorio de Ciencias de la Universidad Católica del Maule, Curicó, Chile. Un ANDEVA factorial se usó para evaluar el efecto de dos niveles de madurez de la uva (16,6 y 22°) °Brix, tres niveles de pH (2, 2,5 y 3) y dos tiempos de cocción a 90°C (45 y 60 min) sobre la extracción de pectinas y su grado de metoxilación (GM). La comparación de medias fue hecha con el Test de Duncan. Se ha descrito una línea de flujo para obtener jalea a partir de uvas *Concord*. Se recomienda cosechar con 16,6 °Brix y calentar el zumo a pH 2,5 durante 60 minutos para obtener la mejor extracción de pectinas con alto grado de metoxilo (3,84% de pectinas de 70,48 GM). La rehidratación de las pectinas al 1% p/v y 65 °Brix produjo la jalea de mejor apariencia.

**Palabras clave:** Pectinas, grado de metoxilación, *Vitis labrusca*, *Concord*, línea de flujo, jalea.

#### ABSTRACT

The processing of *Vitis labrusca*, cv. *Concord* grape in order to obtain a flow sheet for extraction of pectins and making jelly of quality was researched. The grape was harvested from Maule Region and processed in Sciences Laboratory of Universidad Católica del Maule, Curicó, Chile. Factorial ANOVA was used to evaluate the effects of two ripeness levels (16.6 and 22°) Brix, three pH conditions (2.0; 2.5 and 3) and two times of heating at 90°C (45 and 60) min on pectin extractions and its methoxyl degree (MD). The means comparison was done by Duncan Test. A flow sheet for obtaining jelly from *Concord* grapes was decrypted. We have suggested picking grapes at 16.6 °Brix and heating the grape juice for 60 minutes at pH 2.5 for getting the better extraction of high methoxyl pectins (3.84% pectins of 70.48 MD). The water restored at 1% w/v to 65° Brix gave the best jelly appearance.

**Key words:** Pectins, methoxyl grade, *Vitis labrusca*, *Concord*, flow sheet, jelly.

#### INTRODUCCIÓN

La uva de *Vitis labrusca* cv. *Concord*, originaria de Norteamérica, se ha descrito como rica en pectinas (Hidalgo, 2002) y aunque posee menos contenido que la cáscara de los cítricos y de pomáceas, fuentes tradicionales de pectinas (Carbonell *et al.*, 1990), entre todas las uvas, *Concord* destaca por su capacidad para producir jaleas (Hidalgo, 2002), atribuible a las destacadas características organolépticas y gelificantes de sus pectinas. En

Chile, en tanto, el exportar zumo de uvas *Concord* se ha propuesto como un buen negocio (Hewstone y Valenzuela, 2004), pero faltan estudios sobre la producción y comercialización de pectinas de esta variedad en el país.

Las pectinas son fibras naturales de gran interés en repostería y farmacéutica por sus propiedades nutritivas, curativas, espesantes y gelificantes (Pagani, 1990; Hoejgaard, 2005; Mateu, 2004). Comercialmente las pectinas son clasificadas de acuerdo a su grado de esterificación (metoxilación),

<sup>1</sup> Trabajo presentado en el 57° Congreso Agronómico de Chile, Santiago, octubre 2006.

<sup>2</sup> Departamento de Ciencias Agrarias de la Universidad Católica del Maule, casilla 7-D, Curicó. E-mail cfredes@ucm.cl

siendo las pectinas de mayor calidad aquellas con mayor grado de esterificación (Arthey y Ashurst, 1997; Hoejgaard, 2005).

Las pectinas son polisacáridos ubicados en la pared celular primaria de plantas superiores. Químicamente, son polímeros lineales de D- $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 4) de ácido galacturónico anhidro. Parte de los grupos carboxilos de este ácido son esterificados con metanol (Wosiacki y Nogueira, 2001). En uvas viníferas, las pectinas de la pulpa duplican en contenido a las pectinas de la piel (Vidal *et al.*, 2001).

La forma insoluble de la pectina, denominada protopectina, domina en frutos inmaduros (Pagani, 1990). Durante la maduración de la fruta las pectinas son fuertemente despolimerizadas y solubilizadas (Huber, 1983), producto de la acción de las enzimas pectolíticas pectinmetilesterasas, poligalacturonasas y glicosidasas en la lámina media de la pared celular (Arthey y Ashurst, 1997; Cheftel y Cheftel, 2000). La modificación de los polisacáridos en la fruta afecta fuertemente la firmeza de las bayas maduras, por una fuerte desesterificación de ácidos urónicos metoxilados y una leve baja en el contenido de galactosa de los polisacáridos insolubles. Diversos autores indican que con la maduración baja el contenido y la calidad de las pectinas o su capacidad de gelificar, esta última característica definida por su grado de metoxilación (Vicens *et al.*, 2009; Donald *et al.*, 2001; Missang *et al.*, 2001; Humead y Jousif, 2000).

La pectina es extraída básicamente por una hidrólisis ácida caliente del zumo (Carbonell *et al.*, 1990; Pagani, 1990). Barazarte *et al.* (2008) comprobaron que 90 °C es una temperatura adecuada para extraer pectinas de la cáscara de cacao; anteriormente Carbonell *et al.* (1990) y Pagani (1990) también propusieron esa temperatura. En este proceso se ha observado que el pH más ácido produce una mayor extracción (Vásquez *et al.*, 2008), pero también una menor metoxilación, debido a que en medio ácido la pectina se vuelve más hidrofílica y, por lo tanto, soluble (Hoejgaard, 2005). Respecto a la duración de la hidrólisis ácida caliente, se ha observado que menos tiempo de cocción produce una mejor gelificación de las pectinas (Hoejgaard, 2005). Sin embargo, Camejo *et al.* (1996) no encontraron variaciones en la cantidad y calidad de las pectinas extraídas de toronja al variar el tiempo de calentamiento desde 60 a 90 minutos. Esta tensión entre pH, tiempo y temperatura de la hidrólisis ácida ca-

liente justifica probar la mejor combinación de ellas de acuerdo a las propiedades particulares de cada tejido vegetal.

La jalea es un producto preparado a partir de zumo de fruta, mezclado con edulcorantes, de consistencia gelatinosa adecuada y sin sólidos insolubles, según una definición resumida del Codex Alimentarius (Comisión del Codex Alimentarius, 2004). La jalea sólida debiera tener entre 60 y 70 °Brix para gelificar (Arthey y Ashurst, 1997), ya que con menos azúcar la actividad de agua es demasiado alta y en niveles superiores podría deshidratarse la pectina (Hoejgaard, 2005). Las pectinas rehidratadas de alto grado de metoxilación forman jaleas consistentes a mayores temperaturas que las pectinas de menor grado. Considerando la falta de estudios sobre la extracción de pectinas de uva *Concord* en Chile, se ha *propuesto* como objetivo general de esta investigación desarrollar una línea de flujo para la elaboración de jalea de calidad a partir de pectinas extraídas de *Vitis labrusca* cv. *Concord* y específicamente: 1) Determinar el efecto de los sólidos solubles de la uva, tiempo de cocción y pH del zumo, sobre la cantidad y grado de metoxilación de las pectinas extraídas y 2) Determinar el efecto de los sólidos solubles sobre la apariencia de la jalea preparada proveniente de estas pectinas de alta calidad.

## MATERIALES Y MÉTODOS

El trabajo se realizó en el año 2005 en el laboratorio de Ciencias Agrarias de la Universidad Católica del Maule, Campus Curicó. La uva *Vitis labrusca* L. cv. *Concord* provino de Parral, Región del Maule, Chile, y fue congelada a -20 °C por un mes antes de ser procesada. La cosecha se determinó midiendo los sólidos solubles (°Brix) por refractometría. Antes de procesar la uva se determinó la acidez total por titulación potenciométrica y el pH por potenciometría.

El rendimiento de las pectinas deshidratadas se determinó a partir de 1.225 g de uva descongelada. Al valor obtenido se le descontó un 25% del peso, que sería impurezas, como lo proponen Camejo *et al.* (1996). La metodología para extraer pectinas y determinar el grado de metoxilación se obtuvo de Carbonell *et al.* (1990) y Pagani (1990). El zumo fue acidificado con ácido tartárico hasta el pH requerido.

La cantidad de pectina extraída y su grado de esterificación o metoxilación (GM) se evaluaron en un experimento factorial con 2 niveles de sólidos solubles de la uva cosechada (16,6 y 22 °Brix), 2 tiempos de calentamiento durante la hidrólisis ácida caliente (60 y 45 minutos) y 3 condiciones de pH en esta hidrólisis (3; 2,5 y 2). Cada interacción (sólidos solubles x tiempo x pH) tuvo 3 repeticiones de 200 mL de zumo cada una, de modo que este experimento factorial [2 x 2 x 3] presentó 36 evaluaciones, divididas en 18 repeticiones para cada uno de los dos niveles de °Brix, 9 repeticiones para cada uno de los dos tiempos de calentamiento y 3 repeticiones para cada una de las tres condiciones de pH del zumo.

Las pectinas de alto metoxilo (HM) obtenidas se rehidrataron con agua, quedando las pectinas al 1% p/v y agregando azúcar hasta 60, 65 y 70 °Brix, con el objeto de estudiar el efecto de los sólidos solubles sobre la apariencia de la jalea producida, en los atributos de consistencia, brillo, atractivo y color, mediante un panel de degustación de cinco personas.

Las medias de los resultados fueron sometidas a un análisis de varianza factorial y en los casos en que se detectaron diferencias significativas al 1%, se realizó la separación de medias por el Test de Duncan ( $p \leq 0,01$ ), usando el programa estadístico SPSS 15.0 para Windows®.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Una línea de flujo muestra la extracción de las pectinas de la uva y la producción de jalea, indicando las entradas y salidas y las principales etapas del proceso (Figura 1). En esta línea de flujo se pueden ver las etapas de despalillado de uva, molienda, prensado, ajuste de pH, cocción, separación del extracto por filtración, gelificación, separación del

coágulo péptico, deshidratado del coágulo péptico y rehidratación de la jalea con agua azucarada.

Los resultados mostrados en el Cuadro 1 indican que con uva menos madura es posible extraer más pectinas de alta calidad o grado de metoxilación, como lo habían ya reportado numerosos autores (Vicens *et al.*, 2009).

Donald *et al.* (2001), Missang *et al.* (2001) y Humead y Jousif (2000) han reportado una disminución de pectinas a medida que el fruto madura. En frutos maduros hay un incremento de pectina soluble en agua y una pérdida de protopectina, provocando acumulación de compuestos pépticos, que poco a poco absorben agua para solubilizarse (Prima, 2001; Arthey y Ashurst, 1997).

### VARIACIONES EN EL PROCESO DE HIDRÓLISIS ÁCIDA CALIENTE

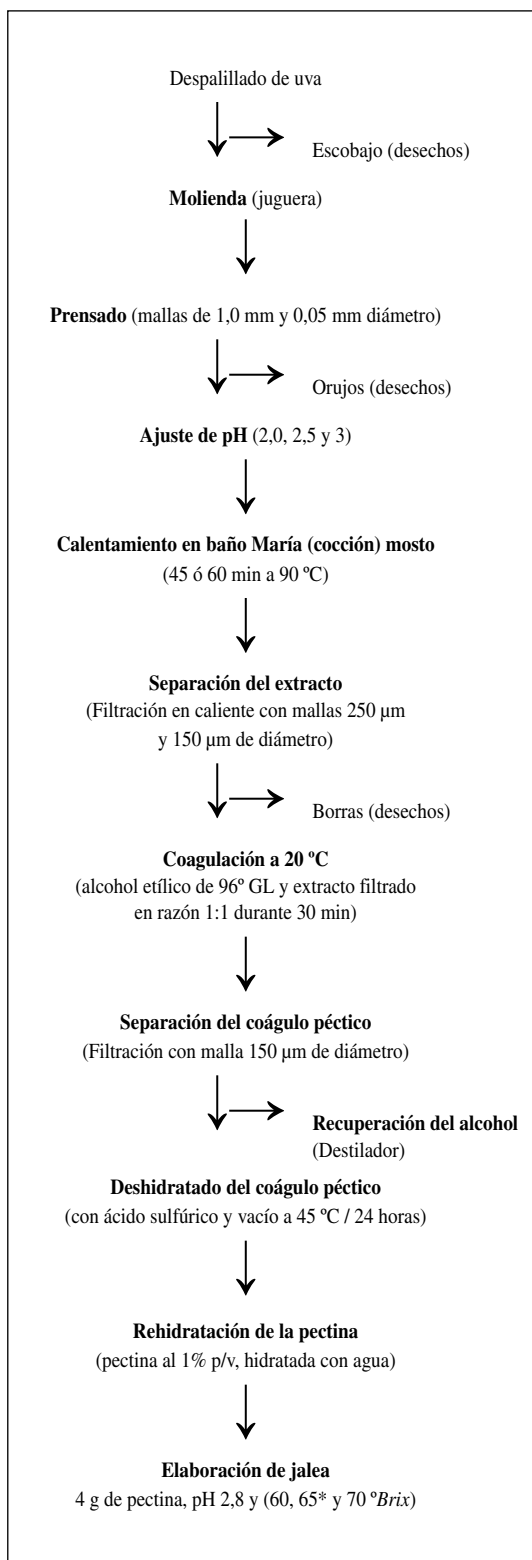
El pH del zumo y el tiempo de cocción fueron significativos en la extracción de pectinas. Camejo *et al.* (1996) y Vásquez *et al.* (2008) observaron mejor extracción con pH más ácido, teniendo mejores resultados con pH 2. En este experimento se encontró una mejor extracción con pH 2,5 (Cuadro 2). En general, la extracción sube a menor pH, pero por otro lado la calidad de la pectina, expresada en el grado de metoxilación, baja a menor pH (Arthey y Ashurst (1997); Hoejgaard (2005). De acuerdo a la clasificación de las pectinas, según Pagani (1990), Arthey y Ashurst (1997) y Hoejgaard (2005), aquellas que presentan grados de esterificación sobre 50% poseen excelente capacidad de gelificación y se clasifican como HM. En este experimento, todas las pectinas elaboradas con zumo a 16,6 °Brix serían HM. Se concuerda con Arthey y Ashurst (1997) en el sentido de que el GM disminuye al reducir el pH de la solución. En relación al tiempo de calentamiento, se observó que hubo más extracción de pectinas calentando durante 60 minutos que

**Cuadro 1**

**Efecto de los sólidos solubles del zumo de uvas *Concord* sobre la extracción de pectinas y su grado de metoxilación**

Sólidos solubles	Pectinas extraídas Base peso fresco (%)	Grado de metoxilación de pectinas (GM)
16,6 ° Brix	3,04 a	69,39 a
22,0 ° Brix	1,69 b	57,00 b

Letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0,01$ ).



**Figura 1.** Línea de flujo para el proceso de extracción de pectina y elaboración de jalea de uva *Concord*.

calentando 45 minutos, pero no hubo efectos de este factor sobre el grado de metoxilación (Cuadro 2). Similares resultados encontraron Camejo *et al.* (1996) extrayendo pectinas desde toronjas.

D'Addosio *et al.* (2005) señalan que el tipo de ácido usado influye en la cantidad de las pectinas extraídas, asimismo el rendimiento se potencia con agentes extractantes, como el hexametáfosfato de sodio (( $\text{NaPO}_3$ )<sub>6</sub>). Estos polifosfatos son capaces de secuestrar el calcio, evitando que formen sales insolubles con el calcio y magnesio presentes en el medio, favoreciendo así la solubilización de las pectinas. Del mismo modo, ciertos agente iónicos, como el carbón sulfonado, se usan para eliminar el calcio del medio (Pagani, 1990) con positivos efectos sobre la extracción de pectinas. Posteriores investigaciones podrían probar la extracción con otros ácidos o agentes secuestrantes polifosfatos para aumentar la extracción de pectinas.

En el presente experimento se encontró un máximo de rendimiento de 3,84% en el tratamiento (pH 2,5; 60 min), este valor es cercano al 4% de pectinas, base peso fresco, reportado por Hidalgo (2002) para *Vitis labrusca* cv. *Concord*. El tiempo de cocción fue más importante sobre la extracción de pectinas que el pH, observándose una buena extracción en todos los niveles de pH calentados por 60 minutos (Figura 2).

#### PREPARACIÓN DE JALEA

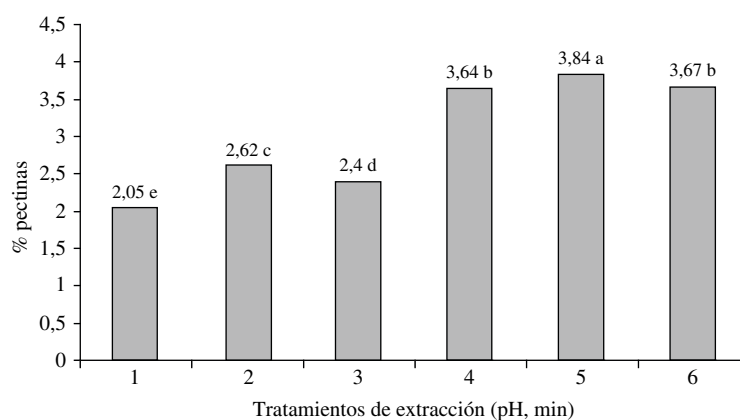
La rehidratación al 1% p/v de las pectinas HM obtenidas permitió obtener jaleas, siguiendo las pautas de Hoejgaard (2005), las cuales se probaron en 3 niveles de sólidos solubles (60, 65 y 70 °Brix). Todas las muestras lograron gelatinizar a 2 °C, comprobando la excelente aptitud de las pectinas HM de *Vitis labrusca Concord* producidas (Figura 3).

El panel de degustación otorgó un puntaje promedio de 9 puntos, de un máximo de 10, para calificar la apariencia de la gelatina preparada a 65 °Brix (Figura 3) en los atributos de consistencia (9 puntos), brillo (10 puntos), atractivo (8 puntos) y color (9 puntos), seguida respectivamente por las gelatinas preparada a 70 °Brix con 7 puntos y a 60 °Brix, con 4 puntos. El color rojo natural de las pectinas rehidratadas, que se debería a la presencia de pigmentos rojos de antocianinas, fue bien evaluado por el panel de degustación. Esta jalea presentó los estándares establecidos por Chefel y Chefel (2000) y Hoejgaard (2005) para ser comercializada.

**Cuadro 2**  
**Efecto del pH y tiempo de cocción sobre la extracción de pectinas**  
**y su grado de metoxilación usando zumo de uvas *Concord* a 16,6 °Brix**

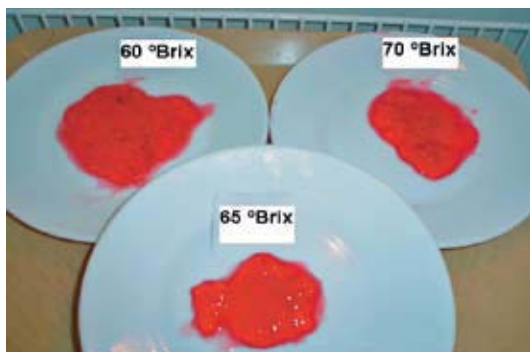
Condiciones durante la hidrólisis ácida caliente	Pectinas extraídas base peso fresco (%)	Grado de metoxilación de pectinas (GM)
pH		
3	2,85c	81,25a
2,5	3,23a	72,40b
2	3,04b	55,94c
Tiempo		
45 minutos	2,36b	76,83
60 minutos	3,72a	75,70
Interacción pH x Tiempo	Significativa	No significativa

Letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0,01$ ).



Letras diferentes indican diferencias significativas ( $p < 0,01$ ).

**Figura 2.** Porcentaje de extracción de pectinas desde mosto *Concord* a 16,6 ° Brix: Efecto de la interacción de pH y tiempo de cocción. T<sub>1</sub> (45 min, pH 3), T<sub>2</sub> (45 min, pH 2,5), T<sub>3</sub> (45 min, pH 2,0), T<sub>4</sub> (60 min, pH 3), T<sub>5</sub> (60 min, pH 2,5) y T<sub>6</sub> (60 min, pH 2,0).



**Figura 3.** Jaleas de pectinas de *Vitis labrusca* cv. *Concord* después de rehidratadas en tres niveles de sólidos solubles.

## CONCLUSIONES

Se propuso una línea de flujo para elaborar jaleas de *Vitis labrusca* cv. *Concord*, logrando producir una jalea de excelente apariencia a partir de pectinas extraídas con un rendimiento de 3,84% (base peso fresco) y con un grado de metoxilo de 70,48, correspondientes a pectinas HM de alta calidad.

Se concluye que la cosecha temprana (16,6 v/s 22) °Brix aumenta la cantidad y calidad de las pectinas extraídas; en la hidrólisis ácida caliente, el pH intermedio el zumo 2,5 v/s (2 y 3) mejora la extracción de pectinas, el pH

mayor (3) mejora la calidad de éstas y el mayor tiempo de cocción del zumo (60 v/s 45 minutos) mejora la extracción de pectinas, más que el nivel de pH.

Las pectinas HM extraídas, rehidratándolas al 1% p/v y ajustando los sólidos solubles a 65 °Brix, produjeron la jalea de mejor apariencia, comparándolas con (60 y 70 °Brix).

## LITERATURA CITADA

- ARTHEY, D.; ASHURST, P. 1997.** Procesado de frutas. Zaragoza, ES, Editorial Acribia, 273 p.
- BARAZARTE, H.; SANGRONIS, E.; UNAI, E. 2008.** La cáscara de cacao (*Theobroma cacao* L.): una posible fuente comercial de pectinas. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición* 58 (1): 64-70.
- CAMEJO, C.; FERRER, A.; FERRER, B.; PEÑA, J.; CEDEÑO, M. 1996.** Extracción y caracterización de pectina en toronjas de la región Zuliana. *Revista Facultad de Agronomía (LUZ)* 13: 641-645.
- CARBONELL, E.; COSTELL, E.; DURÁN, L. 1990.** Determinación del Contenido de Pectinas en Productos Vegetales. *Revista de Agroquímica y Tecnología de los Alimentos* 30 (1): 1-9.
- CHEFTEL, J.; CHEFTEL, H. 2000.** Introducción a la bioquímica y tecnología de los alimentos. Zaragoza, ES, Editorial Acribia, 333 p.
- COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS. 2004.** Programa conjunto FAO/OMS sobre normas alimentarias. Comité del codex sobre frutas y hortalizas elaboradas (en línea). Roma, IT. Consultado 24 jul. 2009. Disponible en [http://www.ftp://ftp.fao.org/codex/ccpfv22/pf22\\_07s.pdf](http://www.ftp://ftp.fao.org/codex/ccpfv22/pf22_07s.pdf)
- D'ADDOSIO, R.; PÁEZ, G.; MARÍN, M.; MÁRMOL, Z.; FERRER, J. 2005.** Obtención y caracterización de pectina a partir de la cáscara de parchita (*Passiflora edulis f. flavicarpa Degener*). *Revista Facultad de Agronomía (LUZ)* 22 (3): 241-251.
- DONALD, J.; YASAR, K.; JIWON, J. 2001.** Pectin degradation in ripening and wounded fruits. *HortScience* 13 (2): 224-241.
- HEWSTONE, N.; VALENZUELA, J. 2004.** Jugo de uva, una opción de negocio. *Revista Tierra Adentro* 54: 22-23.
- HIDALGO, L. 2002.** Tratado de viticultura general. 3ª ed. Madrid, ES, Editorial Mundi-Prensa, 1235 p.
- HOEJGAARD, S. 2005.** Pectin chemistry, functionality & applications (en línea). Consultado 7 ene. 2007. Disponible en <http://www.cisg.law.pace.edu/cisg/biblio/ferrari4.html>. pectin.cc.
- HUBER, D.J. 1983.** The role of cell wall hydrolases in fruit softening. *Horticultural Review* 5: 169-215.
- HUMEAD, M.; YOUSIF A. 2000.** Preparation and evaluation of grapes' jam and jelly. *Disarat Agricultural Sciences* 27 (2): 241-252.
- MATEU, X. 2004.** La fibra en la alimentación. Barcelona, ES, Edikamed S. L. 127 p. (Farmacia hospitalaria no 3).
- MISSANG, C.; RENARD, C.; BARON, A.; DRILLEAU, J. 2001.** *Journal of the Science of Food and Agriculture* 81 (8): 773-780.
- PAGANI, J. 1990.** Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de melocotón. ES, *Servei de Publicacions Universitat de Lleida*, 131 p.
- PRIMA, E. 2001.** Características gelificantes de la pectina de girasol. *Revista de Agroquímica y Tecnología de los Alimentos* 19 (2): 363-366.
- VASQUEZ, R.; RUESGA, L.; D'ADDOSIO, R.; PÁEZ, G.; MARÍN, M. 2008.** Extracción de pectina a partir de la cáscara de plátano (*Musa AAB*, subgrupo plátano) clon Hartón. *Revista Facultad de Agronomía (LUZ)* 25 (2): 318-333.
- VICENS, A.; FOURNAND, D.; WILLIAMS, P.; SIDHOUM, L.; MOUTOUNET, M.; DOCO, T. 2009.** Changes in Polysaccharide and Protein Composition of Cell Walls in Grape Berry Skin (Cv. Shiraz) during Ripening and Over-Ripening. *Journal of Agriculture and Food Chemistry* 57: 2955-2960.
- VIDAL, S.; WILLIAMS, P.; O'NEILL, M.A.; PELLERIN, P. 2001.** Polysaccharides from grape berry cell walls. Part I: Tissue distribution and structural characterization of the pectic polysaccharides. *Carbohydrate Polymers* 45 (4): 315-323.
- WOSIACKI, G.; NOGUEIRA, A. 2001.** Apple varieties growing in subtropical areas. The situation in Paraná State. *Fruit Processing* 11: 177-182.