

Tesis de Posgrado

Contribución al estudio de la obtención de jugos pécticos de orujo de manzana para la formación de jaleas de frutas

Serantes, Nélide Dora

1943

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Química de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Serantes, Nélide Dora. (1943). Contribución al estudio de la obtención de jugos pécticos de orujo de manzana para la formación de jaleas de frutas. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.

http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0353_Serantes.pdf

Cita tipo Chicago:

Serantes, Nélide Dora. "Contribución al estudio de la obtención de jugos pécticos de orujo de manzana para la formación de jaleas de frutas". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1943.

http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0353_Serantes.pdf

EXACTAS UBA

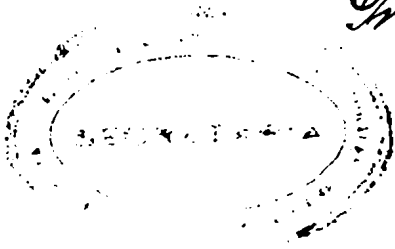
Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



UBA

Universidad de Buenos Aires

Buenos Aires, Diciembre 20/1943
Presentada en la fecha. Conste.
Esposito



Buenos Aires, Diciembre 20/1943
Para la Comisión examinadora Grupo
22 la presente tesis de la espalumina Nética D.
Servantis, a los efectos del Art. 349 del Reglamento.
Indro Santilli
Indro Santilli

Tesis: 353

Buenos Aires, Diciembre 22/1943
Los miembros de la Comisión examinadora respectiva que firman, han considerado la presente tesis y acuerdan aceptarla

D. J. Quirós Esposito Santilli
Indro Santilli

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS, FISICAS Y NATURALES

CONTRIBUCION AL ESTUDIO
DE LA OBTENCION DE JUGOS PECTICOS
DE ORUJO DE MANZANA
PARA LA FORMACION DE JALEAS DE FRUTAS

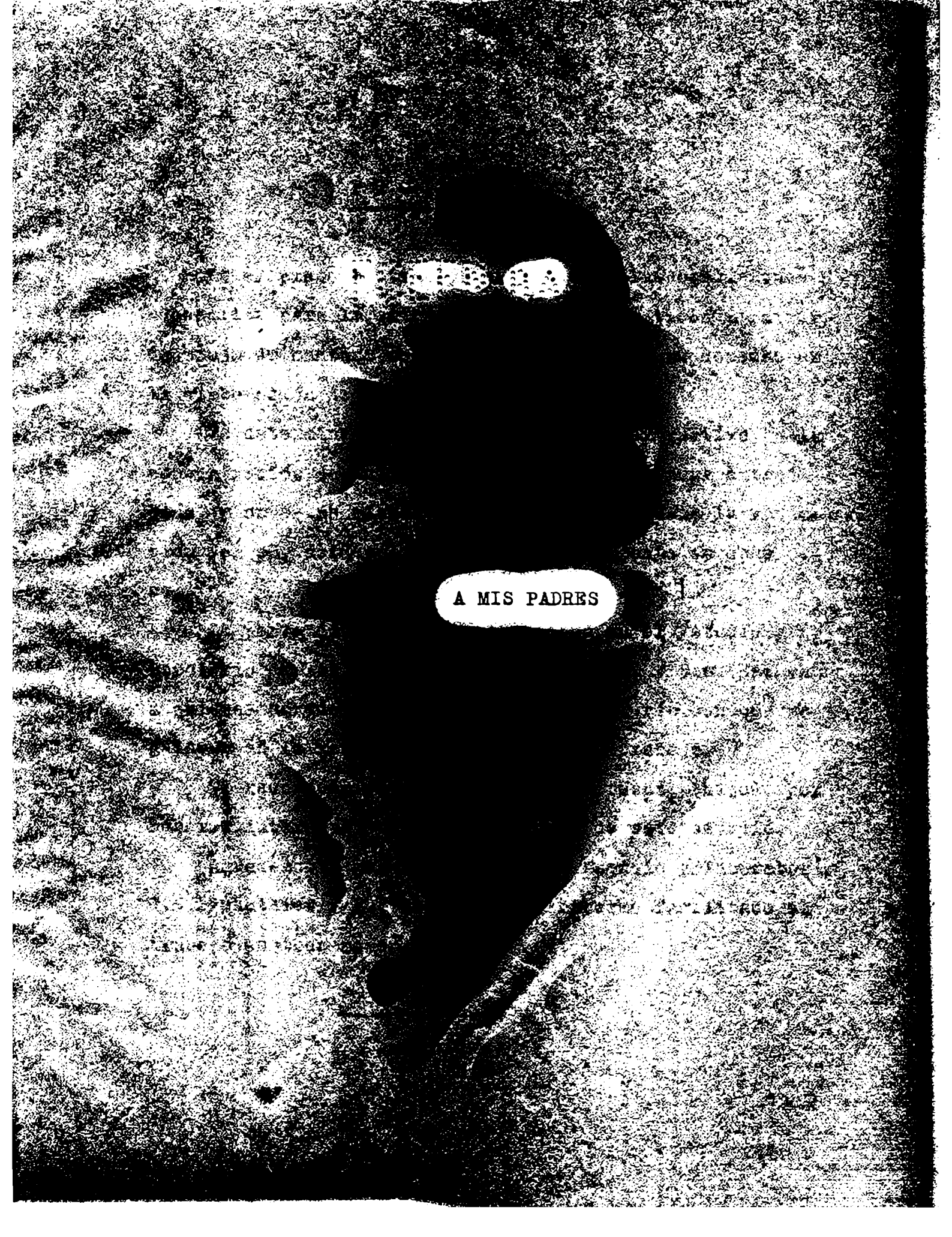
T E S I S

PARA OPTAR AL TITULO DE DOCTOR EN QUIMICA

NELIDA DORA SERANTES

BUENOS AIRES

1943

A high-contrast, black and white image of a person's face, possibly a mask or a heavily shadowed face. The image is grainy and has a stark, almost binary appearance. A white oval is superimposed on the lower part of the face, containing the text "A MIS PADRES". The background is dark and textured, suggesting a rough or uneven surface.

A MIS PADRES

P R O L O G O

En el presente trabajo se estudian las condiciones necesarias para la extracción de jugos pécticos a partir de orujo de manzana seco, que se obtiene como desecho en la elaboración de manzana natural.

Se determina el volumen de líquido extractivo, y la concentración de ácido necesario para una buena extracción, y en estas mismas condiciones se estudia la variación del pH, acidez libre, y poder gelizante en cada caso.

La parte experimental se efectuó en el Estudio y Laboratorio de los doctores C.F. Hickethier y E.E. Bachmann, a quienes agradezco el estímulo y desinterés con que me guiaron en la realización del presente trabajo.

Mi reconocimiento al señor H. Bertschi, (hijo), por haberme interesado en el tema objeto de este estudio.

Agradezco a mis compañeros del Estudio y Laboratorio C.F.Hickethier y E.E.Bachmann, el haberme facilitado el trabajo en todo momento.

FORMA

CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LA OBTENCION DE JUGOS PECTICOS

DE ORUJO DE MANZANA

PARA LA FORMACION DE JALEAS DE FRUTAS.

- I). Introducción.- Antecedentes.
- II). Sustancias pécticas.
 - a) Generalidades
 - b) Constitución
 - c) Propiedades
- III). Valoración de péctinas.
 - a) Método del péctato de calcio
 - b) Método de la acetona
 - c) Método del alcohol
 - d) Discusión de los Métodos.
- IV). Obtención de jugos pécticos de orujo de manzana.
 - a) Extracción de la sustancia péctica con agua
 - 1) Elección del volumen conveniente
 - 2) Acción del lavado previo
 - b) Extracción de la sustancia péctica con ácidos.
 - 1) Acido clorhídrico
 - 2) Acido tartárico
 - 3) Acido cítrico
 - 4) Acido láctico
 - 5) Acido acético

V). Variación del porcentaje de pectina en los jugos obtenidos con ácido tartárico $n/100$, en relación al tiempo de extracción.

VI). Comparación del jugo péctico obtenido con ácido sulfuroso como conservador.

VII). Ensayo en fábrica y análisis del jugo péctico obtenido en las condiciones óptimas establecidas.

VIII). Gelificación .

a). Generalidades.

b). Variación del poder gelizante con el pH.

c). Variación del poder gelizante del jugo con la concentración del mismo.

d). Variación del poder gelizante con el tiempo de calentamiento.

IX). Conclusiones.

I) INTRODUCCION. ANTECEDENTES

La abundante producción frutal de nuestro país, y muy especialmente las actuales dificultades para la exportación dejan una gran cantidad de frutas aprovechables para usos distintos del consumo interno. La elaboración de frutas confitadas y la de jaleas, alcanza algunos cientos de toneladas. El excedente de la producción de frutas cítricas se destina en los últimos años en gran parte a la extracción de aceites esenciales y ácidos propios.

Ultimamente ha alcanzado gran importancia la fabricación y conservación al estado natural de jugos de frutas y verduras. Esta elaboración deja una cantidad grande de materia de desecho cuya industrialización ha alcanzado un alto grado de desarrollo en el extranjero, C. P. Wilson, 1928. Estos residuos son ricos en azúcares, almidón, celulosa, pectinas, etc. De la extracción de pectinas me ocuparé en el presente trabajo, ajustando su obtención al orujo de manzana seco. proveniente de la elaboración de jugo de manzana natural.

El conocimiento de las sustancias pécticas se remonta al siglo pasado; la elaboración industrial de las pectinas es relativamente reciente. dado que sólo alcanza a unos 25 años. En los últimos 20 años han evolucionado grandemente los conocimientos sobre la constitución de la molécula de pectina y sus propiedades, haciendo estos estos conocimientos posible su industrialización.

El descubrimiento de las pectinas se efectuó en el año 1825, por el investigador Baconnot, quién hizo las primeras consideraciones sobre la presencia en los tejidos vegetales de una sustancia gelatinosa, parcialmente soluble en agua, a la que denominó "sustancia péctica".

Los primeros trabajos sistemáticos se deben al experimentador von Fellenberg publicados en 1918, quién se refiere a la constitución de la molécula péctica, remarcando la importancia de los grupos metílicos que esterifican los grupos carboxilos.

A partir de esta época se han realizado muchas investigaciones entre las que se destacan las efectuadas por H.J. Wichmann, quién publicó durante los años 1922, 1923, y 1924, en extensos trabajos los primeros ensayos sobre determinación cuantitativa de pectinas en plantas y jugos.

M. H. Carré y D. Haynes, emplearon desde 1922, las sales de calcio para determinaciones cuantitativas basadas en la formación de peotato de calcio. Este método que en un principio tuvo gran aceptación, perdió la misma dado que estudios posteriores demostraron que puede producir errores hasta del 30 %, debido a la retención de agua en el precipitado gelatinoso de peotato de calcio.

R. Suoharipa en 1925, publicó un trabajo que se titula "Die Pektinstoffe", y que reúne todos los datos que sobre este tema se habían publicado, además de sus propias investigaciones realizadas durante los años 1923, y 1924, sobre la naturaleza de la molécula péctica y la forma en que es-

ta se encuentra ligada a los elementos de la planta.

Nanji D. R., F.J. Paton, A.R. Ling, en 1925 y 1926, realizaron estudios sobre la decarboxilación de los polisacáridos ácidos y su aplicación a la estabilidad de la constitución de las pectinas y las determinación de las mismas, por la medida de los carboxilos ácidos. En el año siguiente el primero de los investigadores junto con A.G. Norman, estudiaron un micrométodo para la determinación del alcohol metílico y su aplicación al estudio de las condiciones necesarias para la esterificación de la molécula péctica.

Paralelamente al desarrollo de los conocimientos sobre la molécula, se realizaron estudios en las frutas investigando especialmente la propiedad que tienen las pectinas de producir jaleas en jugos azucarados y medios ácidos. En relación con esta propiedad, estudiaron los autores P. B. Myers y G.L. Baker, la viscosidad de las soluciones pécticas en relación con su poder de formar jaleas.

La investigadora Asta Ohm, publicó desde 1926, hasta 1929, artículos sobre variaciones de la viscosidad de soluciones pécticas, según la procedencia de la pectina y su tratamiento posterior, relacionando estos factores con el efecto del ácido cítrico y los diferentes azúcares, sacarosa, lactosa, glucosa y dextrosa. Las medidas realizadas son empíricas pero comparables entre sí para cada tipo de experiencias, los valores numéricos se establecieron con los viscosímetros de Störner y de Ostwald.

En 1926, L.W. Tarr, estudió la importancia del ión H, presente en la solución péctica para la formación de jaleas, llegando a la conclusión que un pH, 2 a 2,5 es favorable cuando se trata de pectinas de limón y de naranja.

C.P. Wilson del "Instituto Norteamericano de Cooperación" estudió en 1928 el aprovechamiento del excedente de frutas cítricas dándole una gran importancia a la industrialización de la pectina, sustancia que extraía en buena proporción de la cáscara de las frutas, y luego aprovechaba en la fabricación de dulces y jaleas. Sus colaboradores se dedicaron al estudio de la gelificación desde el punto de vista práctico.

El interés que despierta toda sustancia dedicada a la alimentación hizo que otros investigadores retomaran el tema de la composición de la molécula péctica. Así los autores F.A. Henglein y G.G. Schneider en 1936, tratan en su estudio, lo que ya retrospectivamente se había determinado sobre la analogía de constitución que existe entre la molécula de pectina y la de celulosa. Los autores llegan a lo mismo por vía química, sometiendo las pectinas a la acción del ácido nítrico. Ambos compuestos dan esteres análogos que son la nitropectina y la nitrocelulosa. Se estudió detalladamente la obtención de la nitropectina, como también sus propiedades y constantes físicas. Entre los estudios más importantes se cuenta el de la fabricación de hojas de nitropectina. De la nitración se dedujo que las pectinas están formadas por cadenas longitudinales de gran tamaño.

Erlieh, tratando el tamaño de la molécula péctica asegu

raba que eran todas iguales, y le atribuía una fórmula bruta: $C_{41} H_{60} O_{36}$, y si una pectina no tenía el porcentaje correspondiente, decía que habría sufrido una hidrólisis. Su cuadro químico para la composición de las pectinas era el siguiente:

Pectina	Peso molecular	Ac. galacturónico $C_6H_{10}O_7$ %	Alcohol metílico %	Acido acético %	Arabinosa $C_5H_{10}O_5$ %	Galactosa $C_6H_{12}O_6$ %
Teórica	1128	68.8	5.7	10.6	13.3	15.9
Limón	1342	68.3	6.0	10.0	12.9	15.6
Manzana	1342	67.3	6.0	10.9	14.2	15.6

G.G.Schneider y U.Fritschi, rebaten la opinión de Erlich en un extenso trabajo y llegan a la conclusión que la arabinosa y la galactosa, no forman parte de la molécula péctica. Estudian también estos autores la relación entre la esterificación y la propiedad de formar jaleas, llegando a la conclusión de que las largas cadenas de pectina se entrecruzan formando una red, y que este red semejante a un fieltro es tanto mas resistente cuanto más larga sea la molécula péctica.

G.G.Schneider y H.Bock, en trabajos posteriores, estudian la estrecha relación que existe entre el poder gelificante y el tamaño de la molécula péctica. Repiten los métodos de precipitación de pectinas con sales de calcio, llegando a la conclusión de que los resultados obtenidos eran falsos

porque los fundamentos teóricos en los que se basan son también falsos, y propone para la determinación de pectinas el método del alcohol, con el que se llega a resultados cuantitativos muy satisfactorios.

E.W.Bennison y F.W.Norris, en 1939, se refieren a la relación que existe entre la composición de las diferentes clases de pectinas y la consistencia de las jaleas que las mismas producen.

En 1940, C.L.Hinton, en un extenso estudio, completó los trabajos referentes a formación de jaleas, dando valores cuantitativos para el pH, de la solución, y las primeras medidas de disociación, estudió también la posibilidad de neutralizar en parte la acidez de la solución a condiciones óptimas de pH. Relaciona finalmente, la gelificación con la disociación de la molécula péctica, estableciendo valores numéricos para la constante de disociación.

II). SUSTANCIAS PECTICAS

a) Generalidades.

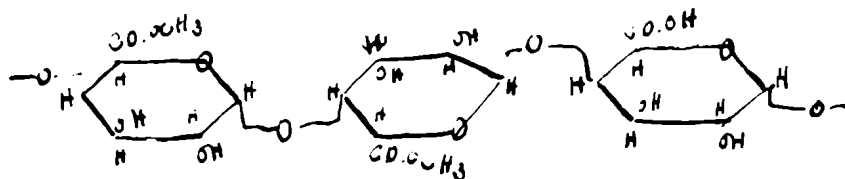
Dada su estrecha vinculación con las grandes moléculas vegetales como el almidón, la celulosa, etc., su estudio no fué posible por falta de conocimientos completos sobre dichas sustancias, es por ello que el conocimiento de la molécula péctica es superior a la creación de la química de las grandes moléculas. Schneider y colaboradores 1936-7.

b) Constitución.

De acuerdo con los estudio realizados, se acepta que las pectinas están constituídas por moléculas de ácido galacturónico mas o menos metiladas, yuxtapuestas con cadenas de pentosanas y hexosanas, con las que están ligadas genéticamente.

Cabe hacer notar que, contrariamente a lo expresado por Erlich, la galactosa y la arabinosa no son componentes propios de la molécula péctica, sino que constituyen una impureza en las mismas. También se ha comprobado que no forman parte de la molécula grupos acetilos.

Los últimos estudios realizados han dado para la molécula péctica una distribución en forma de cadena que correspondería al siguiente esquema:



En este caso, como en todos aquellos, en que se trata de moléculas de gran peso molecular, tiene mucha importancia la longitud de la cadena, (G.G.Schneider y H.Bock) y como en el caso del almidón y celulosa nos encontramos en presencia de mezclas polimerohomólogas de moléculas de diferentes tamaños.

Los diferentes autores, han llegado a valores que oscilan entre 50.000 y 180.000, cifras que por si solas dan idea de la longitud y complejidad de la molécula.

Para el estudio de la molécula péctica se efectuó la esterificación de las carboxilos libres con nitrogrupos, obteniendo un compuesto, la nitropectina de constitución semejante a la nitrocelulosa, y en esta forma, pudo reconocerse la distribución alargada rígida de la molécula péctica semejante en su estructura a la de la celulosa aunque menos consistente.

o) Propiedades.

Las propiedades primeramente conocidas son las que se encuentran más estrechamente relacionadas con su determinación cuantitativa. Sobresalen entre ellas la formación de precipitados gelatinosos con sales de calcio; también la precipitación con los alcoholes, especialmente el metílico y etílico y otros disolventes orgánicos, como ser la acetona y el eter sulfúrico.

La solubilidad en agua es la característica más conocida e importante por cuanto facilita la comprobación de su presencia.

Uno de los factores que más importancia ha dado a las pectinas, es su propiedad de producir jaleas en medios azucarados, especialmente cuando la acidez del medio adquiere cierto valor, esta característica, llamada "poder gelizante", es de primordial importancia para sus aplicaciones técnicas, entre las que se destaca, la fabricación de jaleas comestibles.

Las propiedades físicas: poder rotatorio, índice de refracción, viscosidad en soluciones acuosas, etc., han contribuido al estudio teórico de la cadena, como también lo han hecho las posibilidades de metilar y nitrar las funciones libres.

Ultimamente se han practicado medidas de conductibilidad eléctrica y determinación de la constante de disociación.

III). MÉTODOS DE VALORACION DE PECTINAS

a). Método del pectato de calcio. (Carré-Haynes, 1922).

Fundamento del método.

El método se basa en la ruptura de la molécula, atacable por los alcalis, mediante hidróxido de sodio, y la determinación de los productos de ruptura, (ácidos pécticos), mediante la sal de calcio.

Reactivos necesarios.

solución de hidróxido de sodio $n/2$

solución alcoholica de fenolftaleina 1%.

solución de ácido acético normal.

solución de cloruro de calcio molar.

solución de nitrato de plata 10 %.

Técnica.

Se tomaron 5 ml. de jugo péctico conteniendo 0.05 a 0.1 g. de pectina y se diluye hasta 40 ml., se agregan unas gotas de fenolftaleina, se neutraliza con NaOH $n/2$, y se añaden 20 ml. de NaOH $n/2$ en exceso. Se deja reposar una hora a temperatura ambiente, para producir la ruptura de la molécula. Se diluye a 400 ml., y se agregan 50 ml. de ácido acético normal, para neutralizar el hidróxido de sodio y acidificar la solución. A los 5 min. se agregan, agitando la solución 50ml. de cloruro de calcio molar. Se deja coagular una hora y luego se hace hervir unos minutos. Se filtra al vacío por papeles pareados, previamente secados al vacío a temperatura ambiente, se lava el filtro con agua caliente, se pasa el precipi-

tado al vaso, se hierve durante 15 min. con 50 ml. de agua, y se filtra por el mismo papel. Se lava con agua caliente hasta la eliminación completa de cloro. Cuando el primer ensayo acusa gran cantidad de cloro se pasa nuevamente el precipitado al vaso para repetir el lavado y hervido. Se escurre el papel con el precipitado al vacío, se seca durante 12 horas sobre ácido sulfúrico en secador de vacío a temperatura ambiente y se pesa. (Los autores Carré y Haynes en su método original secan en estufa de aire a 100-110° y pesan en pesafiltro los papeles que han sido previamente secos y pesados).

El peso del pectato de calcio obtenido se toma como peso equivalente de pectina.

El método no es exacto porque el precipitado gelatinoso retiene mucha agua y se seca mal. Los autores admiten errores hasta del 30-40% por exceso.

Resultados obtenidos.

Pectina FRUbé "A" g/ml	FRUbé "B" g/ml	Certo g/ml	Pecta-Lete g/ml	Extracto de laboratorio g/ml
-	2.65	3.50	3.54	3.17
3.00	2.85	-	2.62	2.24
-	3.06	-	-	3.54

Conclusiones.

De los datos que anteceden se deduce:

I) Existe una marcada diferencia entre los resultados de una misma muestra.

II) La precipitación es lenta, presentando el aspecto de un espesamiento del líquido con dificultad para agruparse durante el calentamiento.

b) Método de la acetona.

Fundamento del método.

El método se basa en la propiedad que tienen las pectinas de precipitar en masa gelatinosa cuando se encuentran en una solución de acetona al 50%.

Técnica.

Se mide un volumen de la solución que contenga aproximadamente 0.1 g. de pectina, se diluye a 100ml., se agrega poco a poco y agitando 100 ml. de acetona pura, se deja estacionar unos minutos y se filtra al vacío por papel de 12 cm. de diámetro, una vez bien escurrido se lava rápidamente con agua fría y se deja escurrir nuevamente. Por medio de una pisseta con agua caliente se pasa el precipitado al vaso y se completa el volumen a 100 ml. Se agita hasta disolver por completo la pectina. Se deja enfriar y se repite la precipitación de la pectina con acetona en la forma indicada, pero añadiendo 10 ml. de solución de cloruro de sodio al 2%, para favorecer la coagulación.

Se filtró al vacío por papeles secados al vacío a temperatura ambiente y pareados. Se lava con acetona al 60%, y

se seca en secador de vacío sobre ácido sulfúrico hasta peso constante. (Los autores secan en estufa de aire a 100-110° durante 12 horas.

Resultados obtenidos.

Pectina FRUbé "A" g/ml	FRUbé "B" g/ml	Certo g/ml	Pecta-Lete g/ml	Extracto de laboratorio g/ml
0.51	1.80	2.70	0.71	1.13
0.98	-	3.02	0.90	1.03
-	-	-	-	0.52

Conclusiones.

De los datos que anteceden se deduce:

I) Los resultados obtenidos son bajos, debido probablemente a una precipitación incompleta. Debido a esto no se insistió en el estudio de este método.

II) Las fibras de pectina son cortas excepto las del líquido Certo que son alargadas.

o) Método del alcohol. (Schneider 1936)

Fundamento del método.

El método se basa en la separación de la molécula pectíca (ácido galacturónico más o menos metilado) de las moléculas más pequeñas de pentosanas y hexosanas, llevando el lí-

quido en los cuales se encuentran a una concentración máxima de alcohol de 70%. En estas condiciones precipitan las pectinas sufriendo un fraccionamiento todas las moléculas cuyo peso molecular es mayor que 10.000 a 20.000. Los productos precipitados por el alcohol de 70% representan al 95% de las pectinas presentes libres de cuerpos extraños.

Técnica.

Se colocan en un vaso de 250 ml., 100 ml. de alcohol de 70% y se agregan poco a poco y agitando con una varilla de vidrio, 20 ml. del jugo péctico a ensayar. Se deja en reposo durante 5 horas y se filtra al vacío por papeles previamente secados al vacío a temperatura ambiente y pareados. Una vez bien escurrido el precipitado, se lava el vaso y el precipitado con alcohol de 70% absorbiendo el líquido. A continuación se lava el precipitado, que se pasó cuantitativamente al embudo de Buchner, con alcohol metílico, acetona y eter sulfúrico, se seca en secador de vacío a temperatura ambiente hasta peso constante.

Este método de resultados comparativos, constituye por lo mismo, un procedimiento de control en la elaboración industrial de pectinas.

El método original difiere del expuesto en que los autores aconsejan el secado a vacío a 69%. A nuestro juicio esta temperatura es excesiva, por cuanto produce la carbonización de las sustancias pécticas.

Resultados obtenidos.

Pectina FRUbé"A"	FRUbé"B"	Certo	Pecta-Lete	Extracto de laboratorio
g/ml	g/ml	g/ml	g/ml	g/ml
2.20	2.45	3.49	3.00	3.25
2.25	2.40	3.51	-	3.21
2.28	2.12	3.40	3.12	3.18

CONCLUSIONES.

De los datos que anteceden se deduce:

I) La precipitación es regular y rápida, efectuándose la mayor parte en la primera media hora.

II) Las fibras pécticas son alargadas y bien diferenciadas, formando una masa blanquecina dentro del líquido péctico. Se distinguen las del líquido Certo por presentar una longitud 3-5 veces mayor que las otras y estar sueltas como hebras en el líquido.

d). Discusión de los métodos.

Con los datos obtenidos puede efectuarse el siguiente cuadro resumen.

Jugo p�ctico.	M�todo del pectato de calcio g/ml	M�todo de la acetona g/ml	M�todo del alcohol g/ml
	-	0.51	2.20
FRUb� "A"	3.00	0.98	2.25
	-	-	2.28
	2,65	1.80	2.45
FRUb� "B"	2.85	-	2.40
	3.06	-	2.12
	-	2.70	3.49
Certo	3.00	3.02	3.51
	-	-	3.40
	33.54	0.71	3.00
Pecta-Lete	3.82	0.90	-
	-	-	3.12
	4.24	1.13	3.25
Extracto de laboratorio	-	1.02	3.21
	-	0.52	3.18

Conclusiones.

Del estudio de los m todos anal ticos que anteceden se deduce:

I) El método del pectato de calcio no es conveniente por la falta de seguridad en los resultados.

II) El método de la acetona dá resultado bajos posiblemente por no ser completa la precipitación en las condiciones establecidas.

III) El método del alcohol puede recomendarse por obtenerse una precipitación regular y rápida, y resultados concordantes dentro de lo que puede exigirse a un procedimiento de control industrial.

Los métodos de análisis descriptos son de carácter industrial recomendándose, para valores de gran exactitud el empleo del método de Tollens y Lefébre que se basa en la determinación de los grupos carboxilos presentes, en la molécula de pectina.

El método potenciométrico de Hinton 1939, de reciente publicación está llamado a tener gran aplicación por su exactitud.

IV). OBTENCION DE JUGOS PECTICOS DE ORUJO SECO DE MANZANA.

a). Extracción de la sustancia péctica con agua.

1). Elección del volúmen conveniente.

La materia prima de éste trabajo está constituida por orujo de manzana seco obtenido como desecho en la fábrica de jugos y jarabes de frutas "FRUBÉ" sito en el Delta, (Tagre).

La molécula péctica se encuentra, como constituyente soluble, en la pulpa y cáscara de manzana. La solubilidad es favorecida por el agregado de pequeñas cantidades de ácido durante la extracción.

Durante la estación de la fruta, se cosechó ésta para la obtención del jugo. El residuo proveniente de la filtración, se secó en secadores de aire caliente, y se almacenó. De éste producto sin ningún tratamiento especial, se han extraído los jugos pécticos que han sido estudiados en el presente trabajo.

Los primeros trabajos, se efectuaron con agua corriente, practicándose sobre el mismo orujo, dos extracciones sucesivas con cantidades variables de agua, hasta establecer el óptimo de extracción.

Se pesaron 25 g, de orujo de manzana seco, se colocaron en un vaso de precipitación de 600 ml y se agregaron 200 ml, de agua en el vaso, cubriéndolo luego con un vidrio de reloj, se maceró a 75° durante 5 horas, agitando cada 10 minutos.

El producto de la maceración se filtró por papel al vacío, se prensa el orujo en el vaso, se deja escurrir bien. Se recogieron 130 ml, de jugo que se concentraron en vaso de pre-

cipitación a baño maría a 75° C. hasta tener un volumen de 50 ml.

El orujo exprimido se trató nuevamente por 200 ml de agua fría, se maceró durante otras 5 horas, agitando como en el caso anterior, pero con intervalos de 20 minutos. Se procedió luego a filtrar al vacío, exprimiendo el orujo sobre el filtro y dejando escurrir

Se obtuvieron 140 ml de filtrado, los que fueron reducidos a 50 ml, como en el caso anterior.

En la misma forma se efectuaron ensayos con 25 g de orujo, practicando extracciones dobles con 300, 400, 500 ml, 600, 1000 ml de agua, obteniéndose líquidos de viscosidad creciente hasta 500 ml y sin variación sensible luego. Los jugos tienen color caramelo obscuro.

En los jugos pécticos obtenidos, se efectuó la determinación de pectinas según el método de Schneider.

Se colocaron 50 ml de alcohol de 70%, en un vaso de precipitación de 150 ml de capacidad y se agregaron 10 ml de extracto péctico medidos con pipeta, agitando con una varilla de vidrio.

Los resultados obtenidos, se expresan a continuación en el cuadro siguiente.

CUADRO I

% de pectina en los jugos extraídos con diferentes volúmenes de agua.

Cantidad de agua empleada.	Pectina extraída de 100g de orujo seco.			Pectina contenida en 100 ml, de jugo.		
	Extracciones: 1a.	2a.	Total	Extracciones: 1a.	2a.	Total.
200 ml	1,25	1,04	2,29	0,62	0,52	1,14
300 ml	2,00	1,26	3,26	1,00	0,63	1,63
400 ml	2,05	1,86	3,91	1,02	0,93	1,95
500 ml	3,44	2,38	5,82	1,72	1,19	2,91
	3,02	2,70	5,72	1,51	1,35	2,86
600 ml	3,25	2,42	5,67	1,62	1,21	2,83
1000 ml	3,80	1,84	5,64	1,90	0,92	2,82

CONCLUSIONES.

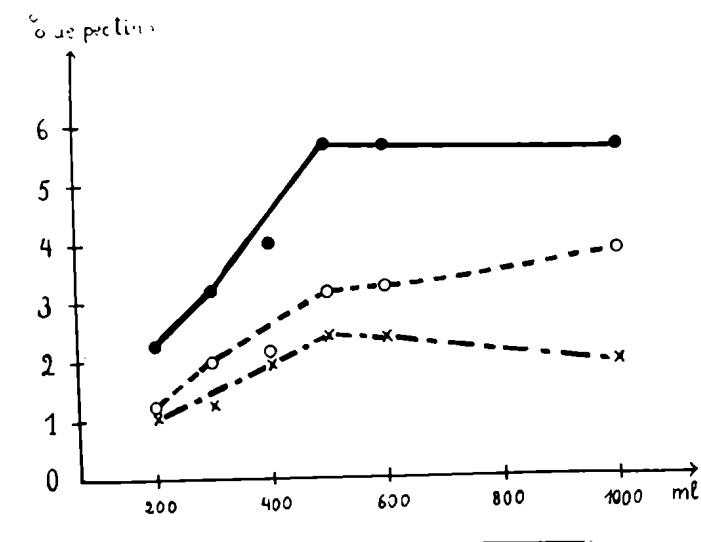
Del cuadro I, y gráfico I, se deduce:

I). Los extractos pécticos obtenidos con 200 ml, de agua son inferiores a los de 300 ml, y estos a su vez inferiores a los obtenidos con 400 ml y 500 ml: los de 500 ml y los de 500ml dan resultados aproximadamente iguales, y los obtenidos con 1000ml se aproximan a este, por lo cual, como deben concentrarse a pequeño volumen resulta lento y antieconómico.

II). La primera extracción da valores más altos para el contenidos de materia péctica que la segunda, acentuándose la diferencia para los obtenidos con mayor volumen de líquido.

GRAFICO I

% de pectina en los jugos extraídos con diferentes volúmenes de agua.



- - -Variación del % de pectina durante la primera extracción.

.-.-.Variación del % de pectina durante la segunda extracción.

-----Variación total de pectina.

2). Acción del lavado previo del orujo.

Se realizaron también los mismos ensayos con la misma cantidad de orujo seco y las mismas cantidades crecientes de agua, previo lavado del orujo con 400 ml de agua calentada a 80°, durante 10 min. con agitación y luego decantación, en esta forma se eliminan en parte las materias colorantes de la cáscara y, azúcares y sales fácilmente solubles.

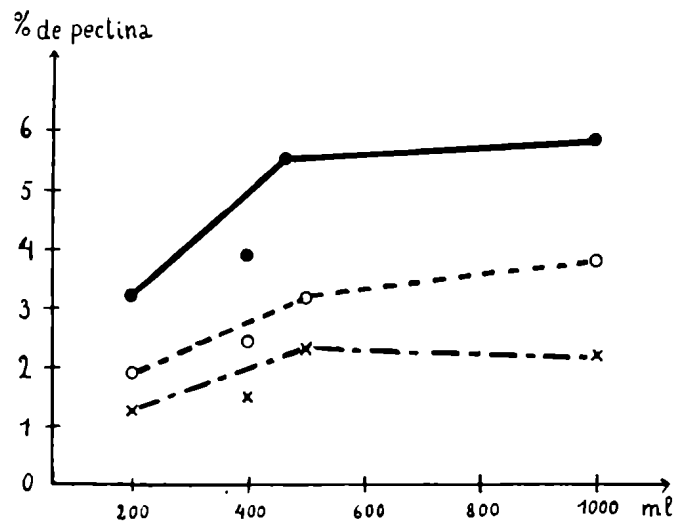
CUADRO II

% de pectina en los jugos extraídos con diferentes volúmenes de agua y lavado previo.

Cantidad de agua empleada	g de pectina extraída de 100 g de orujo seco.			g de pectina contenida en 100 ml de jugo.		
	Extracciones: 1a.	2a.	Total	Extracciones: 1a.	2a.	Total.
300ml	1,90	1,32	3,22	0,95	0,76	1,71
400ml	2,40	1,50	3,90	1,20	0,75	1,97
500ml	3,20	2,38	5,58	1,60	1,19	2,79
1000ml	3,80	2,14	5,94	1,90	1,07	2,97

GRAFICO II.

% de pectina, en los jugos extraídos con diferentes volúmenes de agua de lavado previo.



- - - - Variación del % de pectina durante la primera extracción.

- - - - - Variación del % de pectina durante la segunda extracción.

_____ Variación total de pectina.

CONCLUSIONES.

De las determinaciones de pectina realizadas con orujo lavado se deduce:

I). El extracto es más claro que el anterior, debido a la eliminación de gran parte de la materia colorante de la cáscara, y menos viscoso por la eliminación de compuestos solubles durante el lavado con agua caliente.

II). La primera extracción da porcentaje, más alto, de materia péctica que la segunda, acentuándose, como para el caso anterior la diferencia cuando el volumen de líquido extractivo aumenta.

III). Con 1000 ml se obtiene cantidades poco superiores a las obtenidas con 500 ml, siendo mucho más incómodo el manejo de un volumen grande de extracto.

IV). Se comprueba que el volumen óptimo es de 500 ml a 600 ml, empleándose el primero de los valores para los ensayos sucesivos.

ACIDEZ LIBRE.

Para la determinación de la acidez libre de los extractos pécticos, se midieron 5 ml y se pasaron a un vaso de 250 ml, se agregaron 50 ml de agua y unas gotas de fenolftaleína como indicadores y se tituló con solución de NaOH $n/10$.

El número de ml de NaOH $n/10$, gastados, se expresó en

ácido cítrico % ml de líquido péctico , y su equivalente en g de NaOH. También se expresaron los resultados en g % g, de orujo seco, para efectuar las comparaciones.

CUADRO III

Cantidad de agua empleada	Acidez libre %g de orujo seco.				Acidez libre % ml de jugo péctico.			
	1a. extrac.		2a. extrac.		1a. extrac.		2a. extrac.	
	g, de ác. cítrico.	g, de NaOH	g, de ác. cítrico.	g, de NaOH	g, de ác. cítrico.	g, de NaOH	g, de ác. cítrico.	g, de NaOH
300ml	0,25	0,16	0,10	0,06	0,14	0,08	0,05	0,03
400 ml	0,25	0,16	0,16	0,09	0,13	0,08	0,08	0,05
500ml	0,32	0,27	0,17	0,09	0,16	0,10	0,07	0,05
1000ml	0,33	0,21	0,17	0,08	0,16	0,10	0,06	0,04

pH de los jugos obtenidos con agua previo lavado del orujo.

Se determinó potenciométricamente el contenido de ión hidrógeno presente en los jugos pécticos. Las determinaciones se practicaron con un potenciómetro construido en la República Argentina por Baldoni, perteneciente a la Inspección General de Laboratorios de las Obras Sanitarias de la Nación.

pH, de los jugos pécticos extraído con cantidades crecientes de agua, previo lavado del orujo.

CUADRO IV

Cantidad de agua empleada.	pH de la 1a. extrac.	pH de la 2a. extrac.
300 ml	3,70	3,80
400 ml	3,50	3,60
500 ml	3,40	3,45

Ensayo de gelificación.

Se efectuaron ensayos de gelificación aprovechando la propiedad que tienen las pectinas de formar jaleas en medios químicos que tengan grupos oxidrilos.

Para cada ensayo se tomaron 30 g de glicerina neutra, como medio gelizante, pesados en un vaso de 100 ml y se agitaron con 10 ml de jugo péctico. Se calentó la mezcla a 80° durante 30 min. y se dejó en reposo durante 24 horas. El asentamiento de las jaleas se cumple en forma rápida durante la primera hora, pero necesita un día entero para su terminación.

Ensayo de gelificación de los jugos obtenidos con agua.

CUADRO V

Cantidad de agua empleada	Jugo péctico proveniente de orujo sin lavado previo		Jugo péctico proveniente de orujo lavado	
	1a. extrac.	2a. extrac.	1a. extrac.	2a. extrac.
300ml	lq. espeso	no gelifica	jalea blanda poco elást.	no gelifica.
400ml	jalea buena elást. obsc.	no gelifica	jalea buena elást. consis.	—
500ml	gel. en frío buena, elást.	lq. espeso	jalea buena consistente	—
600ml	jalea buena poco elást.	jalea blanda elástica	—	—
1000ml	jalea buena	lq. espeso	jalea buena elástica.	lq. espeso.

CONCLUSIONES.

De los datos que anteceden, y cuadros III, IV, V, que anteceden se deduce:

I). En los orujos lavados, tanto para la primera, como para la segunda extracción, hay una acidez mayor, cuanto mayor es la cantidad de pectina presente en el líquido.

II). Comparando las jaleas obtenidas con líquidos provenientes de orujos lavados y sin lavar, se ve que el poder gelificante no es afectado en forma visible por la sustracción del la-

vado previo del orujo, pero sí influye éste factor en el aspecto debido a su coloración.

III). El poder gelizante, depende de la cantidad de pectina presente en el jugo, dando los extractos pécticos con mayor porcentaje de pectina, mejores jaleas.

b) Extracción de la sustancia péctica con ácidos.

1) Ácido clorhídrico.

Se ensayo la acción del ácido clorhídrico y de los ácidos orgánicos, tartárico, cítrico y acético en cantidades progresivas desde la solución $n/400$ hasta la solución $n/25$ para el volumen óptimo de 500 ml de solución para 25 g de orujo seco.

Se pesaron 25 g de orujo de manzana y se colocaron en un vaso de 600 ml, se lavó el orujo con 400 ml de agua calentada a 80° agitando durante 10 min, al cabo de los cuales se decantó el líquido dejando escurrir bien. Se agregaron a continuación 500 ml de solución de ClH $n/400$ y se maceró durante 5 horas en baño maría a 75° agitando la mezcla cada 20 min más o menos. Al cabo de este tiempo se decantó el líquido y se exprimió bien al orujo filtrando por papel a la trompa de vacío.

Se extrajeron 400 ml de líquido péctico que se concentraron a 75°C a baño maría en vaso abierto hasta 50 ml sobre los que se efectuaron las determinaciones de: pectina %, acidez total, pH y gelizante de la solución.

El orujo se trató con una nueva porción de 500 ml de ácido clorhídrico $n/400$ en la misma forma anterior, efectuase el mismo tratamiento con el líquido obtenido sobre el que se determinaron los mismos datos para establecer si es o no ventajoso del 2º tratamiento.

Un procedimiento idéntico se realizó para las extracciones con ácido clorhídrico $n/300$, $n/200$, $n/100$, $n/75$, $n/50$, $n/33$ y $n/25$.

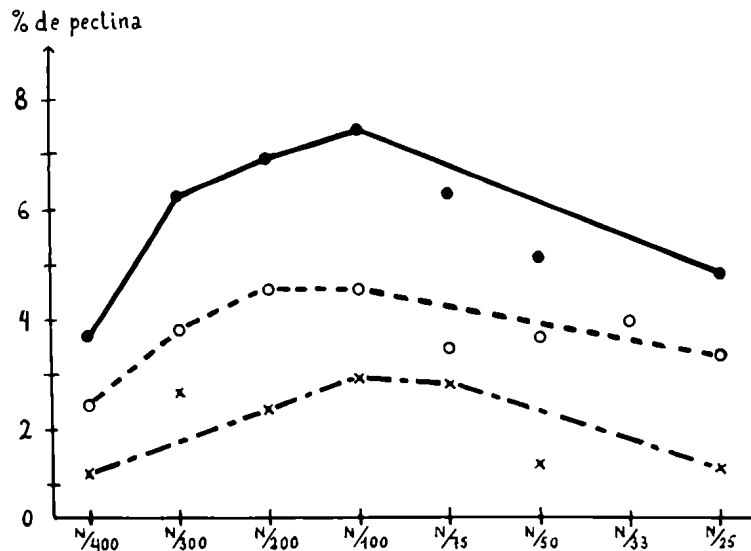
CUADRO VI

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos
con ácido clorhídrico.

Normalidad del ácido Cl H	g de pectina extraída de 100 g de orujo seco			g de pectina contenida en 100 ml de jugo.		
	Extracciones: 1a.	2a.	total	Extracciones: 1a.	2a.	total
n/400	2,43	1,21	3,64	1,21	0,60	1,81
n/300	3,85	2,65	6,23	1,79	1,31	3,30
n/200	4,60	2,31	6,91	2,30	1,15	3,45
n/	4,59	3,03	7,62	2,11	1,36	3,47
n/100	4,69	2,62	7,31	2,11	1,18	3,29
	4,53	2,77	7,30	2,02	1,22	3,26
n/75	3,44	2,79	6,23	1,72	1,34	3,06
n/50	3,79	1,25	5,04	1,79	0,63	2,52
n/33	3,91	2,80	6,71	1,95	1,40	3,35
n/25	3,37	1,50	4,83	1,68	0,75	2,43

GRAFICO III

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos
con ácido clorhídrico.



- - - Variación de % de pectina con la normalidad de ácido durante la primera extracción.

- . - Variación del % de pectina con la normalidad del ácido durante la segunda extracción.

_____ Variación total del % de pectina.

ACIDEZ LIBRE.

Determinación de la acidez libre de los jugos pécticos extraídos con ácido clorhídrico.

La determinación se efectuó sobre 5 ml de jugo titulando con NaOH n/100, como se explicó para los jugos acuosos.

CUADRO VII

Concent. del ácido.	Acidez libre %g de orujo seco.				Acidez libre % ml de jugo péctico.			
	1a. extrac.		2a. extrac.		1a. extrac.		2a. extrac.	
	g, de ácm citríco.	g, NaOH	g, de áo. citríco.	g, NaOH	g, de áo. citríco.	g, NaOH	g, de áo. citríco.	g, NaOH
n/400	0,36	0,22	0,23	0,14	0,18	0,11	0,15	0,72
n/300	0,31	0,19	0,46	0,29	0,15	0,09	0,23	0,14
n/200	0,51	0,32	0,63	0,38	0,22	0,16	0,32	0,19
n/100	0,97	0,56	0,74	0,83	0,43	0,28	0,63	0,41
	1,25	0,70	1,22	0,96	0,56	0,35	0,55	0,34
n/75	1,13	0,70	1,60	1,00	0,56	0,35	0,80	0,50
n/50	1,79	1,07	2,51	1,57	0,90	0,53	1,25	0,78
n/33	2,94	1,80	3,58	2,20	1,47	0,90	1,79	1,10
n/25	4,40	2,75	4,57	2,86	2,20	1,37	2,29	1,47

CUADRO VIII

pH de los jugos extraídos con ácido clorhídrico.

Conc. del ácido	Acido puro	1a. extracción		2a. extracción	
		diluido	conc.	diluido	conc.
n/400	3,02	-	3,40	-	3,30
n/300	2,65	-	2,88	<u>6</u>	2,26
n/200	2,30	-	2,95	-	1,80
n/100	1,95	2,25	1,70	1,75	1,15
	1,96	2,10	1,78	1,70	1,24
	2,20	2,46	2,20	1,94	1,40
n/75	2,10	-	1,55	-	1,20
n/50	1,70	-	1,60n	-	1,40
n/33	1,65	-	1,76	-	0,75
n/25	1,40	-	1,40	-	0,80

Ensayo de gelificación de los jugos pécticos obtenidos
con ácido clorhídrico.

CUADRO IX

Consegu del ácido.	1a. extracción		2a. extracción	
	10ml, de jugo péctico	5ml de jugo péctico	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico
n/400	gel.en frio grumosa Ø poco elást. se endurece.	líq.espeso.	espesa,no gelifica.	espesa,no ge lifica.
n/300	gel.en frio buena Ø grumosa.	jalea poco consistente.	gel.en frio poco consist. elástica Ø grumosa.	espesa,no gelifica.
n/200	gel.en frio buena Ø grumosa	gelmen frio poco elást. 2,5ml,blanda.	gel.en frio poco elást. Ø no varía.	gel.en frio blanda,elást. Ø menos elást.
n/100	1)espesa,no gel.grumosa	—	no gelifica	—
	2) gel,poco elást.	—	no gelifica	—
n/75	buena,elást. consist.	—	no gelifica	—
n/50	gel.em frio grumosa,poco consist. Ø no varía.	—	espesa en frio Ø blanda, grumosa.	—
n/33	espesa,no gelifica.	—	—	no gelifica.
n/25	no gelifica.	—	no gelifica.	—

CONCLUSIONES.

De los cuadros VI, VII, VIII, IX, y gráfico III, se deduce:

I) La primera extracción en medio ácido es siempre superior a la segunda por el porcentaje de pectina extraída.

II) Los totales más elevados se registran para el ácido $n/100$, obteniéndose resultados muy concordantes en las determinaciones efectuadas.

III) La acidez aumenta, como era de suponer, al aumentar la concentración del ácido empleado para la extracción.

IV) La acidez es mayor para la primera extracción que para la segunda.

V) El pH de los líquidos diluidos, es más bajo que el correspondiente de los concentrados.

VI) El pH en los líquidos de segunda extracción es más alto que los de la primera.

VII) La acidez dificulta la gelificación y a medida que aumenta el pH, las jaleas son más blandas y para las concentraciones $n/33$, y $n/25$, no se produce una gelificación verdadera.

VIII) El pH aumenta al aumentar la acidez libre.

IX) Las jaleas obtenidas con jugos de primera extracción son mejores que las de segunda extracción.

X) Cuando la gelificación se produce en frío, la jalea resulta grumosa.

2) Acido tartárico.

Se ensayó la acción del ácido tartárico en soluciones:
n/400, n/300, n/200, n/100, n/75, n/50, n/33, n/25, en igual
forma que para el ácido clorhídrico.

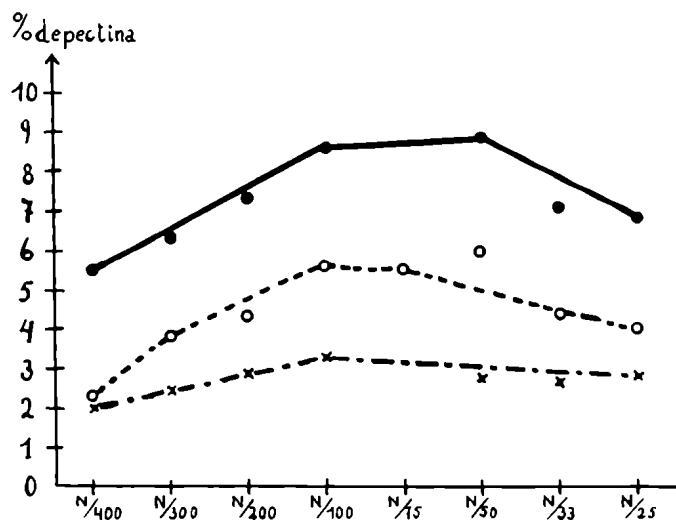
CUADRO X

% de pectina contenida en los jugos extraídos
con ácido tartárico.

Concent. del ácido.	g de pectina extraída de 100 g de orujo seco.			g de pectina contenida en 100 ml de jugo.		
	Extracciones: 1a.	2a.	totalm	Extracciones: 1a.	2a.	total.
n/400	2,34	2,21	5,55	1,17	1,10	2,27
n/300	3,88	2,47	6,35	1,94	1,21	3,15
n/200	4,37	2,91	7,28	2,18	1,46	3,64
	6,08	2,79	8,87	2,84	1,26	4,20
n/100	5,31	2,77	8,08	2,39	1,25	3,64
	5,58	3,76	9,34	2,51	1,96	4 20
n/75	5,50	—	—	2,75	—	—
n/50	6,08	2,72	8,98	3,03	1,36	4,49
n/33	4,40	2,63	7,08	2,20	1,36	3,52
n/25	4,02	2,92	6,94	2,01	1,46	3,47

GRAFICO IV.

% de pectina contenida en los jugos pécticos
extraídos con ácido tartárico.



- - -Variación del % de pectina con la normalidad de la solución ácida, durante la primera extracción.

.-.-. Variación del % de pectina con la normalidad del ácido durante la segunda extracción.

---- Variación total del % de pectina.

ACIDEZ LIBRE.

La valoración se efectuó sobre 5 ml de jugo, como se indicó para el ácido clorhídrico, obteniéndose los siguientes resultados.

CUADRO XI

Cono. del ácido.	Acidez libre % g de orujo seco.				Acidez libre % ml de jugo péctico.			
	1a. extrao.		2a. extrac.		1a.extrao.		2a.extrac.	
	g, de ác. g, cítrico NaOH		g, de ác. g, cítrico NaOH		g, de ác. g, cítrico NaOH		g, de ác. g, cítrico NaOH	
n/400	0,38	0,24	0,31	0,19	0,19	0,12	0,15	0,09
n/300	0,54	0,33	0,54	0,33	0,27	0,17	0,27	0,17
n/200	0,64	0,48	0,77	0,48	0,33	0,24	0,38	0,24
n/100	1,13	0,65	1,40	0,79	0,52	0,32	0,63	0,39
	1,11	0,62	1,22	0,69	0,50	0,31	0,55	0,34
n/75	1,28	0,80	1,74	1,09	0,64	0,40	0,87	0,54
n/50	2,07	1,39	2,48	1,55	1,03	0,69	1,24	0,77
n/33	2,56	1,60	3,07	1,92	1,38	0,80	1,53	0,96
n/25	3,92	2,45	4,99	3,12	1,96	1,22	2,49	1,56

pH de los jugos péuticos extraídos con ácido tartárico.

CUADRO XII

Concentración del ácido.	Acido puro.	1a. Extracción		2a. Extracción	
		diluido	concentrado	diluido	concentrado
n/400	3,72	—	3,40	—	3,40
n/300	3,55	—	3,35	—	3,18
n/200	2,85	—	3,15	—	3,00
n/100	2,70	2,90	2,90	2,70	2,60
	2,60	2,92	2,78	2,63	2,44
	2,92 ^b	3,04	3,00	—	2,93
n/75	2,75	—	2,95	—	2,70
n/50	2,50	—	2,40	—	2,00
n/33	2,65	—	2,50	—	2,50
n/25	2,20	—	2,50	—	2,35

CUADRO XIII

Ensayo de gelificación de los jugos extraídos con
ácido tartárico.

Cono. del ácido.	1a. extracción		2a. extracción.	
	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico
n/400	gel.en frio grumosa, poco elást. Ø se endurece.	líq.espeso	consistente, elástica.	espesa no gel gelifica.
n/300	gel.en frio poco elást.	buena,elást.	poco elást.	—
n/200	gel.en frio buena 0/no varía.	gel.en frio buena,elást. 2,5ml blanda poco elást.	gel.en frio poco elast.	espesa en frio elást.
n/100	1) buena elást consist. 2) buena,elát. 3) " " "	blanda,elást blanda buena,elást.	líq.espeso blanda,elást. blanda.	— líq.espeso —
n/75	consist.elást.	—	gel.en frio consist.muy buena,elást.	buena.
n/50	—	gel.en frio consist. poco elast.	poco elást.	—
n/33	gel.en frio grumosa, Ø se endurece, =aspecto.	—	gel.en frio poco elást. Ø igual.	—
n/25	gel.en frio grumosa Ø igual.	—	gel.en frio consist. grumosam	—

CONCLUSIONES.

De los cuadros X, XI, XII, XIII, y gráfico IV se deduce:

I) La primera extracción es siempre superior a la segunda por el porcentaje de pectina extraída.

II) Los totales más elevados se registran para la concentración $n/100$ de ácido.

III) La acidez aumenta al aumentar la concentración de ácido empleado.

IV) La acidez libre es mayor para los jugos de segunda extracción que para los de primera.

V) El pH de los jugos diluidos es más bajo que el de los correspondientes concentrados.

VI) El pH de los jugos de segunda extracción es más alto que el de la primera.

VII) Las jaleas obtenidas son en general buenas.

VIII) No hay diferencia sensible entre las jaleas obtenidas con jugos de primera y segunda extracción.

IX) Cuando la gelificación se produce en frío, la jalea es poca elástica.

3) Acido cítrico

Se ensayó la acción del ácido cítrico en soluciones n/400, n/300, n/200, n/100, n/75, n/50, n/33, n/25, en la misma forma que para el ácido tartárico.

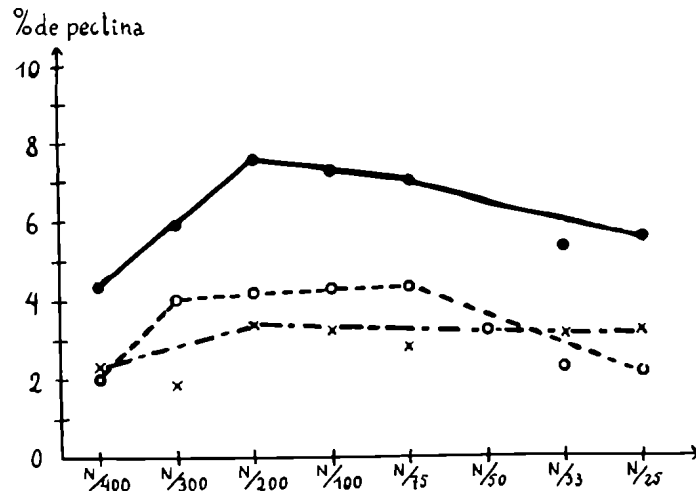
CUADRO XIV.

% de pectina en los jugos pecticos extraídos con ácido cítrico.

Concent. del ácido.	g de pentina extraída de 100 g de orujo seco.			g, de pectina contenida en 100ml de jugo.		
	Extracciones: 1a.	2a.	Total	Extracciones: 1a.	2a.	Total
n/400	2,01	2,41	4,42	1,01	1,20	2,21
n/300	4,12	1,80	5,92	2,06	0,90	2,96
n/200	4,20	3,48	7,68	2,10	1,74	3,84
	4,19	3,20	7,30	1,92	1,44	3,60
n/100	4,16	2,62	6,78	2,08	1,31	3,39
	4,57	2,89	7,46	2,28	1,44	3,72
n/75	4,44	2,70	7,10	2,22	1,35	3,57
n/50	3,21	—	—	1,61	—	—
n/33	2,39	3,05	5,44	1,19	1,53	2,72
n/25	2,27	3,33	5,60	1,13	1,66	2,79

GRAFICO V.

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos con ácido cítrico.



- - - Variación del % de pectina con la normalidad de la solución ácida, durante la primera extracción.
- .-.-. Variación del % de pectina con la normalidad del ácido durante la segunda extracción.
- _____ Variación total del % de pectina.

ACIDEZ LIBRE.

Latitulación de la acidez libre, ha dado los siguientes resultados:

CUADRO XV

Conc. del ácido.	Acidez libre % g de orujó seco.				Acidez libre % ml de jugo péctico.			
	1a. extrac.		2a. extrac.		1a. extrac.		2a. extrac.	
	g, de ác. cítrico	g, NaOH	g, de ác. cítrico	g, NaOH	g, de ác. cítrico	g, NaOH	g, de ác. cítrico	g, NaOH
n/400	0,33	0,21	0,28	0,17	0,17	0,10	0,01	0,09
n/300	0,38	0,24	0,48	0,30	0,19	0,12	0,24	0,15
n/200	0,54	0,33	0,63	0,38	0,27	0,17	0,32	0,19
n/100	1,04	0,60	0,95	0,47	0,48	0,30	0,20	0,13
	0,96	0,54	0,19	0,67	0,43	0,27	0,54	0,33
n/75	0,97	0,61	1,28	0,80	0,48	0,35	0,64	0,40
n/50	1,84	1,10	2,15	1,34	0,92	0,55	1,07	0,67
n/33	2,10	1,31	2,79	1,74	1,05	0,65	1,39	0,87
n/25	3,40	2,13	4,66	2,91	1,70	1,06	2,33	1,45

CUADRO XVI.

pH de los jugos pécticos extraídos con ácido cítrico.

Concentración del ácido.	Acido puro.	1a. extracción.		2a. extracción.	
		diluido	concentrado	diluido	concentrado
n/400	3,85	—	3,45	—	3,50
n/300	3,53	—	3,57	—	3,48
n/200	3,10	—	3,40	—	3,25
n/100	2,85	2,25	3,05	3,00	3,30
	2,64	2,90	3,02	2,68	2,60
	2,56	3,22	3,18	3,18	3,00
n/75	3,05	—	3,25	—	3,05
n/50	2,70	—	2,75	—	2,40
n/33	2,80	—	2,60	—	2,55
n/25	2,50	—	2,50	—	2,45

CUADRO XVII

Ensayo de gelificación con los jugos extraídos
con ácido cítrico.

Cono. del ácido.	1a. extracción.		2a. extracción.	
	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico
n/400	dura, bien elást.	—	consist. elást.	—
n/300	buena, elást. consist.	—	blanda, elást.	—
n/200	buena, elást. consist.	blanda	gel. en frío poco consist. elást.	blanda, elást.
n/100	1) buena, elást. consist. 2) grumosa.	— —	1) blanda, elást. 2) blanda.	— —
n/75	buena, elást.	—	gel. en frío poco elást. Ø se endurece.	—
n/50	gel. en frío poco elást. Ø se endurece.	—	gel. en frío grumosa Ø igual.	—
n/33	gel. en frío grumosa.	espesa en frío	blanda, poco consist.	—
n/25	espesa en frío Ø blanda, grumosa.	—	espesa en frío, blanda Ø grumosa.	—

CONCLUSIONES.

De los cuadros XXIV, XV, XVI, XVII y gráfico V se deduce;

I) La primera extracción es siempre superior a la segunda en porcentaje de pectinam

II) Los totales más altos se registran para la concentración n/200, de ácido.

III) La acidez aumenta al aumentar la concentración del ácido.

IV) Los jugos de segunda extracción son más ácidos que los de la primera.

V) El pH de los jugos diluidos es mas alto que el de los correspondientes concentrados.

VI) Las jaleas obtenidas con jugos de primera extracción son mejores que las de segunda extracción.

VII) Las jaleas obtenidas con extractos poco ácidos son buenas.

VIII) Cuando la gelificación se produce en frio, las jaleas son poco elásticas.

4) Acido láctico

Se ensayó la acción del ácido láctico en soluciones n/400, n/300, n/200, n/100, n/75, n/50, n/33, n/25, en la misma forma que para el ácido tartárico.

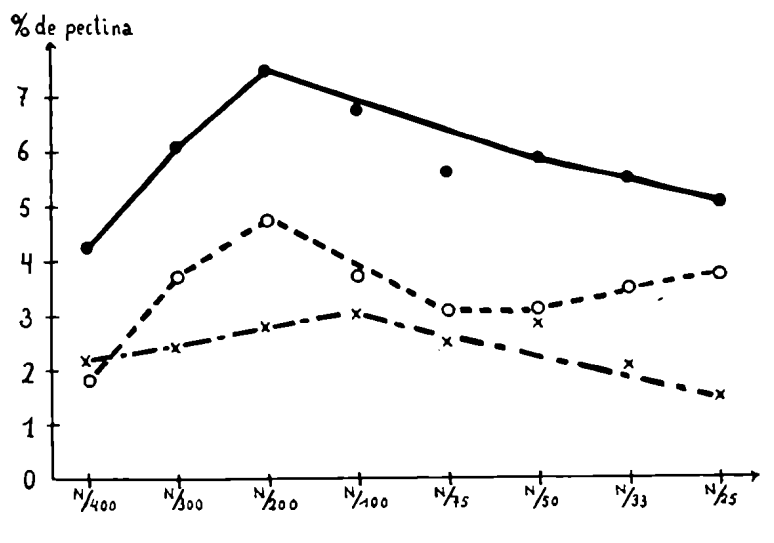
CUADRO XVIII.

% de pectina en los jugos pécticos extraídos con ácido láctico.

Concent. del ácido.	g de pectina extraída de 100 g de orujo seco.			g de pectina contenida en 100 ml de jugo.		
	Extracciones: 1a.	2a.	Total	Extracciones: 1a.	2a.	Total
n/400	1,94	2,27	4,21	0,97	1,14	2,11
n/300	3,63	2,40	6,03	1,82	1,20	3,02
n/200	4,72	2,75	7,47	2,36	1,37	3,73
n/	3,75	3,09	6,84	1,87	1,39	3,25
n/100	3,73	3,00	6,73	1,68	1,35	3,03
	3,72	2,93	6,55	1,72	1,32	3,04
n/75	3,24	3,00	6,27	1,62	1,50	3,12
	3,01	2,57	5,58	1,50	1,28	2,78
n/50	3,03	2,80	5,83	1,51	1,40	2,91
n/33	3,46	2,08	5,54	1,76	1,04	2,80
n/25	3,65	1,40	5,05	1,82	0,70	2,52

GRAFICO VI.

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos con ácido láctico.



- - - Variación del % de pectina con la normal de la solución ácida, durante la primera extracción.

-.-.-.Variación del % de pectina con la normalidad del ácido, durante la segunda extracción.

_____ Variación total del % de pectina.

ACIDEZ LIBRE.

Se efectuó la determinación de la acidez libre, obteniéndose los siguientes resultados.

CUADRO XIX

Concen. del ácido	Acidez libre % g de .				Acidez libre % de			
	orujo seco				jugo péctico			
	1a.extrac.		2a.extrac.		1a.extrac.		2a.extrac.	
	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH	g, de ác. g cítrico NaOH
n/400	0,39	0,25	0,23	0,14	0,19	0,12	0,11	0,08
n/300	0,43	0,25	0,40	0,25	0,21	0,13	0,20	0,13
n/200	0,56	0,35	0,64	0,40	0,28	0,17	0,33	0,20
n/100	0,89	0,51	1,01	0,56	0,90	0,25	0,45	0,28
	0,88	0,49	0,97	0,54	0,40	0,24	0,48	0,27
n/75	1,15	0,72	1,22	0,76	0,58	0,36	0,61	0,38
n/50	1,36	0,81	1,41	0,88	0,68	0,40	0,70	0,44
n/33	1,82	1,13	2,20	1,38	0,91	0,51	1,10	0,69
n/25	3,07	1,92	2,87	1,79	1,54	0,96	1,43	1,32

CUADRO XX.

pH. de los jugos pécticos obtenidos con ácido láctico.

Concentra- ción del ácido	Acido puro	1a. extracción		2a. extracción.	
		diluido	conc.	diluido	conc.
n/400	4,50	--	3,55	--	3,55
n/300	3,79	--	3,48	--	3,46
n/200	3,10	--	3,35	--	3,35
n/100	2,90	3,45	3,15	3,05	2,95
	2,59	2,58	2,86	3,18	3,13
	3,65	3,70	2,65	2,95	2,90
n/75	2,90	--	3,00	--	2,95
n/50	2,80	2,9	2,90	--	2,80
n/33	2,70	--	2,85	--	2,75
n/25	2,60	--	2,55	--	2,60

CUADRO XXI

Ensayo de gelificación de los jugos pécticos obtenidos
con ácido láctico.

Conc. del leído.	1a. extracción		2a. extracción.	
	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico
n/400	dura, regularm elást.	—	consist. elást.	—
n/300	gel.en frío blanda, elást. Ø se endurece	blanda	gel.en frío buena, elást.	—
n/200	dura, elást. muy buena.	—	blanda, poca elástica.	—
n/100	1) poco elást. grumosa.	—	poco consist. poco elást.	—
	2) dura, grumosa.	—	consist. grumosa.	—
n/75	consist. poco elást.	—	gel.en frío poco consist. Ø se endurece, grumosa.	—
n/50	—	espesa en frío Ø poco elást.	poco consist. grumosa.	—
n/33	gel.en frío grumosa Ø igual.	—	espesa en frío Ø se endurece, grumosa.	—
n/25	gel.en frío poco elast. Ø blanda.	—	espesa en frío. Ø grumosa.	—

CONCLUSIONES.

De los cuadros XVIII, XIX, XX, XXI y gráfico VI se deduce:

I) La primera extracción es siempre superior a la segunda por el contenido de pectina.

II) Los totales más elevados corresponden a la concentración $n/200$ de ácido.

III) La acidez ~~aumenta~~ aumenta al aumentar la concentración del ácido.

IV) La acidez libre es mayor para los jugos de segunda extracción que para los de primera.

V) El pH de los jugos diluidos es más alto que el de los correspondientes concentrados.

VI) Las jaleas obtenidas con jugos extraídos con ácido $n/400$, $n/300$ y $n/200$ son buenas.

VII) Las jaleas obtenidas con jugos extraídos con ácidos $n/75$, $n/50$, $n/33$ y $n/25$ gelifican en frío y son grumosas.

5). Acido acético.

Se ensayó la acción del ácido acético en saluciones: $n/400$, $n/300$, $n/200$, $n/100$, $n/75$, $n/50$, $n/33$ y $n/25$ en la extracción de pectinas.

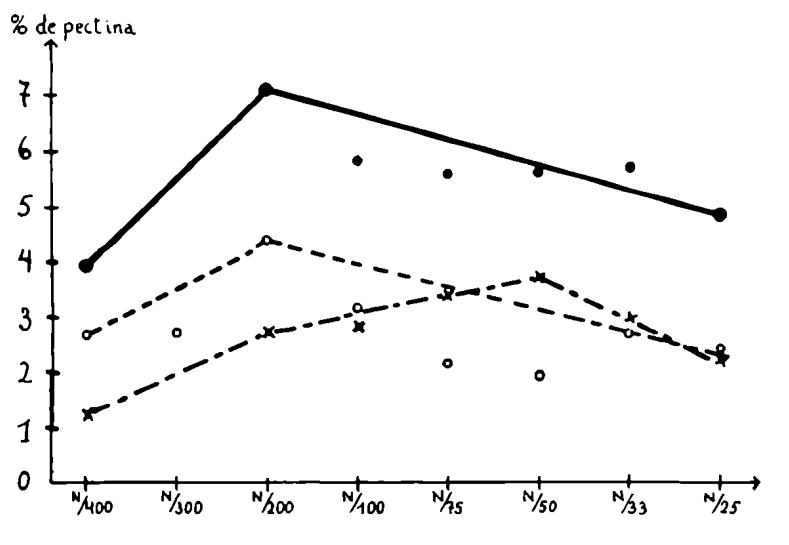
CUADRO XXII.

% de pectina en los jugos pécticos extraídos con ácido acético.

Concent. del ácido.	g de pectina extraído de 100 de orujo seco.			g de pectina contenida 100 ml de jugo.		
	Extracciones:		Total	Extracciones:		Total
	1a.	2a.		1a.	2a.	
$n/400$	2,75	1,24	3,99	1,37	0,62	1,99
$n/300$	2,70	--	--	1,35	--	--
$n/200$	4,39	2,72	7,11	2,19	1,36	3,55
	4,00	2,83	6,83	1,84	1,27	3,11
$n/100$	2,75	3,00	5,75	1,24	1,35	2,59
	2,02	2,47	4,49	1,02	1,23	2,25
	2,30	2,62	5,92	1,65	1,31	2,96
$n/75$	2,13	3,40	5,53	1,06	1,70	2,76
$n/50$	1,80	3,80	5,60	0,90	1,90	2,80
$n/33$	2,71	3,00	5,71	1,36	1,50	2,86
$n/25$	2,51	2,24	4,75	1,25	1,22	2,37

GRAFICO VII.

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos con ácido acético.



- - - Variación del % de pectina con la normal de la solución ácida, durante la primera extracción.

-.-.- Variación del % de pectina con la normalidad del ácido, durante la segunda extracción.

_____ Variación total del % de pectina.

ACIDEZ LIBRE.

Se efectuó la determinación de la acidez libre, obteniéndose los siguientes resultados.

CUADRO XXIII

Concent. del ácido.	Acidez libre % g de orujo seco				Acidez libre % ml de jugo péctico			
	1a.extrac.		2a.extrac.		1a.extrac.		2a.extrac.	
	g, de ácido cítrico	g, NaOH	g, de ácido cítrico	g, NaOH	g, de ácido cítrico	g, NaOH	g, de ácido cítrico	g, NaOH
n/400	0,29	0,18	0,16	0,09	0,15	0,09	0,08	0,08
n/300	0,38	0,24	—	—	0,20	0,12	—	—
n/200	0,59	0,37	0,33	0,21	0,29	0,16	0,16	0,10
n/100	0,57	0,33	0,19	0,67	0,26	0,16	0,54	0,33
	0,48	0,27	0,85	0,48	0,22	0,13	0,39	0,29
n/75	0,56	0,35	0,64	0,36	0,28	0,17	0,32	0,18
n/50	0,79	0,49	0,59	0,37	0,40	0,24	0,29	0,18
n/33	1,23	0,75	1,40	0,70	0,63	0,39	0,88	0,44
n/25	1,33	0,83	1,12	0,70	0,66	0,41	0,56	0,35

CUADRO XXIV.

pH de los jugos pécticos obtenidos con ácido acético.

Concentración del ácido	Acido puro	1a. extracción		2a. extracción	
		diluido	conc.	diluido	conc.
n/400	4,32	--	3,65	--	3,90
n/300	3,74	--	3,62	--	3,74
n/200	3,45	--	3,60	--	3,65
n/150	3,40	3,25	3,50	3,50	3,95
n/100	3,06	3,26	3,34	3,34	3,68
	3,25	3,72	3,79	3,84	3,92
n/75	3,40	--	3,90	--	3,37
n/50	3,30	--	3,15	--	3,20
n/33	3,10	--	3,10	--	3,40
n/25	3,20	--	2,80	--	3,30

CUADRO XXV

Ensayo de gelificación de los jugos extraídos co ácido
acético.

Conc. del ácido.	1a. extracción.		2a. extracción.	
	10ml de jugo péctico.	5ml de jugo péctico.	10ml de jugo péctico.	5ml de jugo péctico.
n/400	blanda, elast.	—	no gelifica.	—
n/300	poco consist. elást.	no gelifica	blanda.	no gelifica.
n/200	buena, elást. transp.	—	blanda, elást.	—
n/100	1) elást. buena, transp.	—	1) blanda, elást.	—
	2) buena, elást.	—	2) no gel.	—
n/75	poco consist. bién elást.	—	gel. en frío bién elást. poco consist. Ø igual.	—
n/50	blanda, elast.	no gelifica.	blanda, elást.	—
n/33	poco consist. elást.	—	blanda, elastica.	—
n/25	espesa en frío Ø elast. poco consist.	—	espesa en frío poco elást. blanda.	—

CONCLUSIONES.

De los cuadros XXII, XXIII, XXIV, XXV y gráfico VII se deduce:

- I) La extracción de la sustancia péctica con ácido acético es lenta.
 - II) Exceptuando las concentraciones extremas los contenidos en pectina son semejantes.
 - III) Las soluciones diluidas extraen pectina más rápidamente que las concentradas.
 - IV) Los totales más elevados se obtienen para la concentración n° 200 de ácido.
 - V) La acidez aumenta al aumentar la concentración del ácido.
 - VI) El pH de los jugos diluidos es más bajo que el de los correspondientes concentrados.
 - VII) El pH de los jugos de segunda extracción es más alto que el de la primera.
 - VIII) Las jaleas obtenidas con jugos de primera extracción son superiores a las obtenidas con los de la segunda.
 - IX) La gelificación es lenta y las jaleas poco consistentes.
 - X) Las jaleas son bien elásticas y de muy buen aspecto.
-

Resumen de los resultados obtenidos en las extracciones
ácidas.

En los ensayos realizados se comprueba que los ácidos orgánicos son superiores al clorhídrico para extraer pectina y para la gelificación de los jugos.

De los ácidos estudiados, el tartárico es el que dá los mejores resultados, por la cantidad u la calidad de la pectina.

V) Variación del porcentaje de pectina en los jugos pécnicos obtenidos con ácido tartárico $n/100$, en relación al tiempo de extracción.

Se realizaron extracciones de pectina con 25 g, de orujo seco previamente lavado con agua caliente, macerados con ácido tartárico $n/100$, durante 20 horas en frío, calentando, luego durante $\frac{1}{2}$, 1, 2, 3,4, y 5 horas.

Se realizó la precipitación de pectina como en los casos anteriores.

También se realizó un ensayo con 40 horas de maceración ácida en frío.

CUADRO XXVI

% de pectina en los jugos pécnicos extraídos con ácido tartárico, previa maceración ácida durante 20 horas, y durante 40 horas.

Ensayo con 20 horas de maceración ácida.

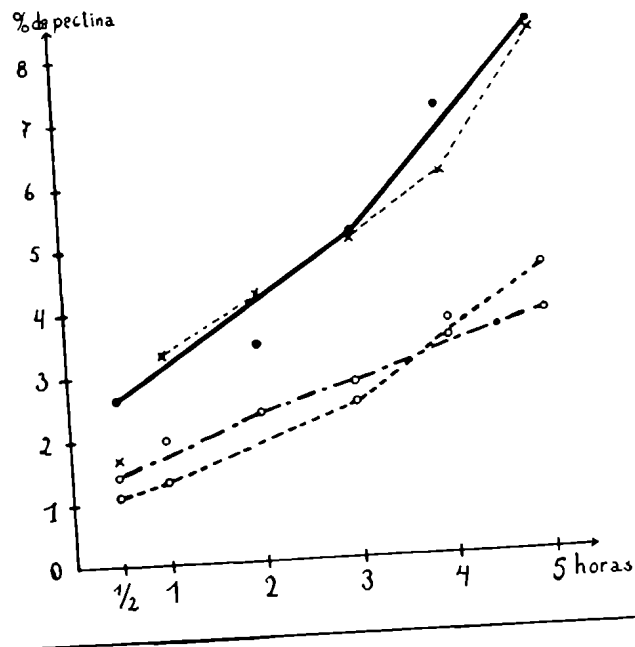
Tiempo de extracción.	g de pectina obtenida de 100g de orujo seco.			g de pectina contenida en 100 ml de lq.		
	Extracciones: 1a. 2a.		Total.	Extracciones: 1a. 2a.		Total.
½ hora	1,15	1,46	2,61	0,57	0,73	1,30
1 h.	1,31	2,00	3,31	0,65	0,90	1,65
2 h.	1,00	2,37	3,37	0,50	1,18	1,68
3 h.	2,75	2,47	5,19	1,36	1,26	2,59
4 h.	3,69	3,45	7,14	1,84	1,72	3,56
5 h.	4,56	3,78	8,34	2,28	1,89	4,17

Ensayo con 40 horas de maceración ácida.

½ h.	0,62	1,02	1,64	0,31	0,51	0,82
1 h.	1,54	1,77	3,31	0,77	0,88	1,65
2 h.	2,01	2,21	4,22	1,00	1,11	2,11
3 h.	3,08	2,01	5,09	1,54	1,01	2,55
4 h.	3,64	3,97	6,05	1,82	1,21	3,03
5 h.	4,36	3,97	8,33	2,18	1,99	4,17

GRAFICO VIII

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos con ácido tartárico n/100, en relación al tiempo de extracción.



- - - 1a. extracción, 20 horas de maceración ácida.

-.-.; 2a. extracción, 20 horas de maceración ácida.

_____ Total de 20 horas de maceración ácida.

x- -x Total de 40 horas de maceración ácida.

ACIDEZ LIBRE.

Se efectuó la determinación de la acidez libre, obteniéndose los siguientes resultados:

CUADRO XXVII

Ensayo con 20 horas de maceración ácida.

Tiempo de extracción.	Acidez libre % g, de orujo seco.				Acidez libre % ml de líquido péctico.			
	1a.extrac.		2a.extrac.		1a.extrac.		2a.extrac.	
	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH	g, de ác. g, cítrico NaOH
½ h.	1,05	0,65	1,25	0,78	0,52	0,33	0,63	0,39
1 h.	1,07	0,67	1,31	0,82	0,54	0,34	0,65	0,41
2 h.	1,06	0,66	1,30	0,82	0,53	0,33	0,65	0,41
3 h.	1,06	0,66	1,30	0,82	0,53	0,33	0,65	0,41
4 h.	1,05	0,65	1,33	0,83	0,52	0,32	0,66	0,41
5 h.	0,99	0,62	1,35	0,71	0,50	0,31	0,68	0,40
Ensayo con 40 horas de maceración ácida.								
½ h.	1,0,	0,67	1,28	0,80	0,54	0,33	0,64	0,40
1,h.	1,12	0,70	1,12	0,70	0,56	0,35	0,56	0,35
2 h.	1,08	0,68	1,18	0,80	0,53	0,34	0,60	0,30
3 h.	1,10	0,68	1,28	0,84	0,54	0,34	0,64	0,42
4 h.	1,10	0,68	1,28	0,84	0,54	0,34	0,64	0,42
5 h.	1,01	0,67	1,28	0,80	0,54	0,33	0,64	0,80

pH de los jugos pécticos obtenidos con ácido tartárico n/100
cuando varía el tiempo de extracción.

CUADRO XXVII.

Ensayo con 20 horas de maceración ácida.

Tiempo de extracción.	1a. extracción	2a. extracción.
½ h.	3,08	2,92
1 h.	3,01	2,84
2 h.	3,00	2,86
3 h.	3,00	2,86
4 h.	2,96	2,80
5 h.	2,92	2,65
Ensayo con 40 horas de maceración ácida.		
½ h.	3,02	3,00
1, h.	3,02	2,90
2 h.	3,00	2,90
3 h.	3,00	2,80
4 h.	2,95	2,70
5 h.	2,94	2,70

Prueba de gelificación.CUADRO XXIX

Ensayo con 20 horas de maceración.

Tiempo de extracción	1a. extracción.		2a. extracción.	
	10ml de jugo pectico	5ml de jugo péctico	10ml de jugo péctico	5ml de jugo péctico
½ h.	líq. espeso	—	líq. espeso	—
1 h.	blanda, elást.	—	blanda, elást.	—
2 h.	blanda, elást.	—	blanda, elást.	—
3 h.	consist. elást.	—	blanda, elást.	—
4 h.	buen a, elást. bien consist.	blanda, elást.	consist. elást.	blanda
5 h.	muy buena, dura, elást.	buen a, elást.	consist. elástica	poco consist. elást.
Ensayo con 40 horas de maceración ácida.				
½ h.	no gelifica	—	líq. espeso	—
1 h.	líq. espeso	—	blanda, elast.	—
2 h.	poco consist. elást.	—	blanda, elást. más consist. que la anter.	—
3 h.	bien elást. consist.	—	buen a, elást.	
4 h.	muy buena, bien elást.	buen a, elást.	buen a, elást.	líq. espeso
5 h.	muy buena, elást. consist.	buen a, elást.	consist. elast.	blanda elást.

De los cuadros XXVI, XXVII, XXVIII, XXIX y gráfico VIII se deduce:

I) Para calentamientos de $\frac{1}{2}$, 1, y 2 horas, la segunda extracción es más rica en pectina que la primera.

II) Para 3 y 4 horas de calentamiento no hay diferencia sensible entre la primera y la segunda extracción.

III) Para calentamiento de 5 horas, la primera extracción es más rica en pectina que la segunda.

IV) Entre los extractos obtenidos por 20 horas de maceración y los de 40 horas no hay diferencias importantes.

V) La segunda extracción es más ácida que la primera.

VI) El pH aumenta al aumentar la cantidad de pectina presente, en el jugo.

VII) Las jaleas son más consistentes a medida que aumenta el porcentaje de pectina.

VI). Comparación del jugo péctico obtenido con ácido tartárico n/100, y clorhídrico n/100, empleando ácido sulfuroso como conservador.

El jugo péctico obtenido con ácido tartárico como se indicó en el capítulo V, es de muy buena calidad, pero se descompone fácilmente. Para evitar la descomposición se efectuaron ensayos agregando 0.5 cc de solución saturada de ácido sulfuroso.

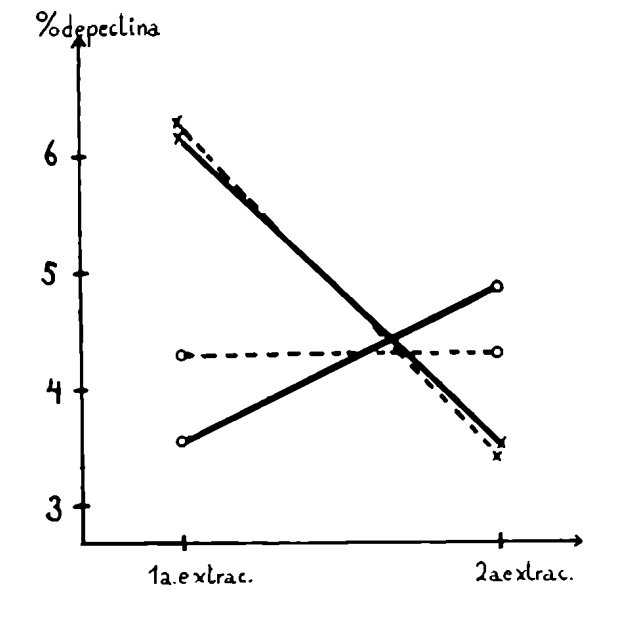
Los ensayos se realizaron en forma comparativa, empleando ácidos clorhídrico y tartárico n/100, con volúmenes de 250 y 500 ml.

CUADRO XXX

Acido empleado	g de pectina obtenida de 100 g de orujo seco.			g de pectina contenida en 100 ml. de líq.		
	Extracciones:			Extracciones:		
	1a.	2a.	Total	1a.	2a.	Total
250 ml. ClH n/100	4.33	4.30	8.63	2.16	2.15	4.32
500 ml. ClH n/100	6.29	3.40	9.69	3.14	1.70	4.84
250 ml. tartárico n/100	3.53	4.81	8.34	1.76	2.41	4.17
500 ml. tartárico n/100	6.22	3.49	9.72	3.31	1.75	4.86

GRAFICO IX

% de pectina contenida en los jugos pécticos extraídos con ácido tartárico n/100 y n/100, en volúmenes de 250 ml. y 500 ml. empleando SO₂, como conservador.



o- - -o % de pectina extraída con ClH n/100, 250 ml.

x- - -x % de pectina extraída con 500 ml. de ClH n/100.

o_____o % de pectina extraída con 250 ml. de ác.tartárico n/100.

x-----x % de pectina extraída con 500 ml. de ác.tartárico n/100.

ACIDEZ LIBRE

Se efectuó la determinación de acidez libre obteniéndose los siguientes resultados:

CUADRO XXXI

Acido em-pleado	Acidez libre % g de orujo seco.				Acidez libre % ml.de líquido péctico			
	1a. extrac.		2a. extrac.		1a. extrac.		2a. extrac.	
	g.de ác. cítrico.	g. NaOH	g.de ác. cítrico.	g. NaOH	g.de ác. cítrico.	g. NaOH	g.de ác. cítrico.	g. NaOH
250 ml. ClH n/100	0.33	0.20	0.46	0.29	0.16	0.10	0.23	0.14
500 ml. ClH n/100	0.64	0.40	1.04	0.60	0.32	0.20	0.52	0.30
250 ml. tartárico n/100	0.33	0.20	0.54	0.34	0.16	0.10	0.27	0.19
500 ml. tartárico n/100	1.04	0.60	1.19	0.59	0.52	0.30	0.67	0.33

pH de los jugos pécticos obtenidos con ácidos clorhídrido y tartárico en volúmenes de 250 y 500 ml. empleando sulfuro como conservador.

CUADRO XXXII

Acido empleado	pH ácido puro	1a. extracción	2a. extracción
250 ml. ClH n/100	2.14	3.02	2.58
500 ml. ClH n/100		2.36	1.52
250 ml. tartárico n/100	2.65	3.12	2.95
500 ml. tartárico n/100		2.98	2.75

Ensayo de gelificación.CUADRO XXXIII

Acido empleado.	1a. extracción.		2a. extracción.	
	10ml de jugo pectico.	5ml de jugo pectico.	10ml de jugo pectico.	5ml de jugo pectico.
250 ml ClH n/100	buena, elást. clara.	buena, poco consist.	buena, poco consist.	—
500 ml ClH n/100	grumosa.	—	blanda, elást.	blanda.
250 ml tartárico n/100	muy buena, elást. dura.	buena, elást.	muy buena, dura, elást. clara.	buena.
500 ml tartárico n/100	dura, algo grumosa.	muy buena, elást.	buena, elást.	—

CONCLUSIONES.

De los cuadros XXX, XXXI, XXXII, XXXIII, y gráfico IX se deduce:

I) La cantidad de pectina extraída es aproximadamente igual para ambos ácidos extractivos.

II) El jugo obtenido con mayor volumen de ácido es más rico en pectina que el obtenido con volumen reducido.

VII). Ensayo en fábrica y análisis del jugo péctico obtenido en las condiciones óptimas establecidas.

Establecidas en el laboratorio las condiciones favorables, según los capítulos V VI, para la extracción de pectina de cáscara de manzana seca, se realizó el ensayo en gran escala, ajustando el proceso a la instalación de la fábrica.

CUADRO XXXIV

§ de pectina en el jugo péctico extraído en la fábrica.

g de pectina extraída de 100 g de orujo seco.			g de pectina contenida en 100 ml de jugo.		
Extracciones:			Extracciones:		
1a.	2a.	Total	1a.	2a.	Total.
4,84	4,80	9,64	2,42	2,40	4,82

ACIDEZ LIBRE.

CUADRO XXXV

Acidez libre % g de orujo seco.		Acidez libre % ml de jugo péctico.					
1a. extrac.	2a. extrac.	1a. extrac.	2a. extrac.				
g, de ác. cítrico. g, NaOH	g, de ác. cítrico g, NaOH	g, de ác. cítrico. g, NaOH	g, de ác. cítrico. g, NaOH.				
1,10	0,68	2,30	1,44	0,55	0,34	1,15	0,72

CUADRO XXXVI.

pH del jugo péctico obtenido en el ensayo en fábrica.

pH Acido puro.	1a. extracción		2a. extracción.	
	diluido	concentrado	diluido	concentrado
--	3,10	2,82	3,00	2,72

Ensayo de gelificación del jugo obtenido en la fábrica.

CUADRO XXXVII

1a. Extracción		2a. Extracción.	
10ml de jugo péctico.	5ml de jugo péctico.	10ml de jugo péctico.	5ml de jugo péctico.
buena, dura elást.	buena, elást.	gel. en frio dura, elást.	buena, elást.

CONCLUSIONES.

De los cuadros XXXIV, XXXV, XXXVI, XXXVII y datos que anteceden se deduce:

Las condiciones experimentales establecidas en los ensayos de laboratorio, son aplicables a la extracción industrial de jugos pécticos.

VIII GELIFICACION

a) Generalidades.

En la práctica de elaboración de dulces y jaleas, tiene gran importancia la consistencia de las mismas. Las frutas maduras han degradado en su casi totalidad la molécula péctica y no forman jaleas consistentes. Para darles esa consistencia se emplea en la fabricación de jaleas de frutas pectina sólida o jugos pécticos comerciales.

Se admite que el fenómeno de gelificación consiste en la formación de una red tupida por parte de las moléculas que retiene en sus intersticios las materias en suspensión, adquiriendo consistencia. La resistencia de la red es tanto mayor cuanto mayor sea la longitud de las moléculas.

La medida del poder gelizante de las pectinas es uno de los puntos más tratados, debido a sus aplicaciones prácticas.

Muchos son los factores que intervienen en el proceso de gelificación.

Durante mucho tiempo se relacionó la calidad de una pectina con la viscosidad de sus soluciones acuosas pero los resultados obtenidos son discordantes, habiéndose encontrado soluciones poco viscosas que gelifican muy bien.

La viscosidad como medida del poder gelizante, (Ohm Asta, 1926, 1930; E.W. Bennison, F.W. Norris, 1939) se tomó siempre en soluciones acuosas, sin tener en cuenta que

los grupos carboxilos producen la solvatación del agua. Medidas realizadas en soluciones de pectina con disolventes eléctricamente neutros como la acetona, y previa esterificación de los carboxilos libres con nitrogrupos, dieron para el poder gelizante valores proporcionales a la longitud de la molécula péctica. (G.G.Schneider y H. Book)

En esta forma se demostró que moléculas comprendidas entre 50.000 y 180.000 de peso molecular dan buenas jaleas.

Los aparatos que como el "gelómetro de Bloom", miden la dureza de una jalea obtenida en condiciones estandarizadas, proporcionan datos aproximados comparables dentro de ciertos límites fijos. (C.Fellers y F.Griffith).

Además de la longitud de la molécula tiene gran importancia en la gelificación el pH, de la molécula péctica.

En soluciones obtenidas con pectina sólida, puede regularse el pH, por el agregado de ácidos. Cuando se trata de extractos directos tiene especial importancia el líquido extractivo, pero una vez concentrado el jugo, el pH puede regularse por el agregado de álcalis o ácidos. (A. G.Olsen, L.Lampitt y R.W.Money).

La acidez influye en la gelificación. La investigadora Asta Ohm, explica la acción de los ácidos, como un ataque a las fibrillas que constituyen la molécula péctica volviéndola más rígida, si la acidez es muy alta quita a las fibrillas toda elasticidad y no pueden mantener entre ellas el líquido interfibrilar, formándose grumos separados por grietas líquidas ; si la acidez es poca las fibras son

blandas y las jaleas no tienen consistencia. En los ensayos de gelificación realizados con pectina en polvo tiene mucha importancia el procedimiento de extracción y los tratamientos posteriores a que ha sido sometida la pectina, en especial el secado y almacenamiento. También debe tenerse en cuenta la fineza del grano, tomándose como buenas las que pasan por el tamiz de malla 100.

b) Variación del poder gelizante con el pH.

Se emplearon para los ensayos jugos pécticos extraídos en el laboratorio y provenientes de la fábrica "FRUBÉ".

Ensayo realizado con jugo péctico obtenido con ácido cítrico $n/50$ $pH=2,55$ haciendo variar el pH con solución de $NaHO$ $n/2$. Se obtuvieron los siguientes resultados.

pH. del jugo péctico	Aspecto de la jalea	
	en frío	después de calentada a 70°
2,55	líquido espeso	jalea poco elástica de regular consistencia.
2,70	espesa en frío	poco elástica, grumosa, poco consistente.
3,05	gelifica en frío poco elástica, <u>blan</u> da.	se endurece, elástica
3,10	gelifica, poco consistente, elástica.	buena, elástica, consistente.
3,17	gelifica, elástica consistencia regular.	muy buena elástica, <u>consisten</u> te.
3,35	gelifica, blanda	muy buena elástica, consistente.
3,75	líquido espeso	jalea blanda elástica.
3,85	no gelifica.	jalea muy blanda.
4,05	no gelifica	no gelifica

Ensayo realizado con jugo péctico obtenido con ácido clorhídrico $n/33$, $pH= 1,70$ modificando el pH , con solución de $NaHO$ $n/2$.

pH del jugo péctico	Aspecto de la jalea	
	en frío	después de calentada a 70%
1,70	no gelifica.	líquido espeso.
1,75	no gelifica.	jalea blanda, completamente grumosa.
1,90	líquido espeso	jalea blanda, grumosa.
2,25	gelifica, grumosa poco consistente.	regular consistencia poco elástica.
2,40	blanda, elástica.	_____
2,65	buena, elástica.	se endurece, buena consistente, elástica.
2,80	buena, elástica.	buena, consistente, elástica.
3,05	grumosa, consistente.	queda igual.
3,45	grumosa, blanda.	grumosa, poco consistente.
3,85	líquido espeso.	líquido espeso.
4,10	no gelifica.	no gelifica.

Ensayo realizado con jugo péctico "FRUbé", análisis 35.043, pH 2.18 modificado con solución de NaHO n/2.

pH. del jugo péctico	Aspecto de la jalea	
	en frío	después de calentada a 70°
2.18	gelifica en frío. grumosa, blanda.	Jalea grumosa consistente.
2.50	gelifica, poco consistente, grumosa.	grumosa, poco consistente.
2.88	gelifica, buena, consistente.	grumosa, consistente.
3.28	gelifica, buena	elástica, dura.
3.45	gelifica, buena, elástica.	elástica, dura, muy buena.
3.90	blanda, elástica.	elástica, poco consistente.
4.15	no gelifica.	no gelifica.

Ensayo obtenido con ácido tartárico y SO_2 , de $\text{pH}=2.99$, modificando el pH con solución de NaHO $n/2$.

pH del jugo péctico	Aspecto de la jalea	
	en frío	después de calentada a 70%
2.45	gelifica, grumosa.	grumosa, blanda.
2.36	gelifica, poco <u>con</u> sistente.	grumosa, blanda.
2.80	gelifica, buena, <u>re</u> gularmente consistente	buena, elástica.
2.98	gelifica, buena, <u>con</u> sistente	buena, consistente, elástica.

Conclusiones

De los datos que anteceden se deduce:

- I) Las jaleas obtenidas con jugos de pH inferior a 2. son grumosas y poco consistentes.
- II) Las jaleas obtenidas con jugos de pH mayor de 3.50 son blandas.
- III) Los líquidos pécticos de pH , superior a 4, no gelifican.
- IV) Los jugos extraídos con ácidos orgánicos, gelifican bien en medios menos, ácidos que los obtenidos con ácidos clorhídricos.

Cabe hacer notar que contrariamente a lo expresado por los autores Tarr, Olsen, Lampitt y Money, no se han obtenido buenas jaleas con soluciones de pH 2, que ellos dan como óptimo en sus trabajos realizados con soluciones de pectina en polvo extraída de cáscara de limón y naranja.

Para nuestros jugos pécticos provenientes de orujo de manzana seco, se tiene un pH óptimo de 2.50, para los extractos clorhídricos y de 3.20 a 3.30 para las extracciones con ácidos orgánicos.

c) Variación del poder gelizante con la concentración del jugo péctico.

Se efectuaron determinaciones con cantidades crecientes de jugo péctico, obteniéndose los siguientes resultados:

Ensayo con jugo obtenido con ácido tartárico n/75.

Cantidad de jugo empleado	Aspecto de las jaleas	
	en frío	después de calentada a 70°
2.5 ml.	no gelifica.	líquido espeso.
5 ml.	jalea muy poco consistente.	jalea blanda, elástica, transparente.
7.5 ml.	jalea poco consistente.	buena, consistente, elástica.
10 ml.	jalea buena, elástica.	dura, elástica, consistente, muy buena.
15 ml.	jalea buena, algo grumosa.	dura, algo grumosa.
20 ml.	dura, grumosa.	dura, grumosa.
Ensayo realizado con jugo péctico "FRUbé", análisis 35.044.		
2.50 ml	jalea grumosa, muy blanda.	no se modifica.
5 ml.	jalea blanda, regularmente elástica.	jalea buena, poco consistente.
10 ml.	grumosa, dura.	no se modifica
15 ml.	gelifica rápido carece de elasticidad	muy grumosa, aspecto cortado.

Ensayo realizado con jugo péctico extraído con ácido tartrático y SO₂.

Cantidad de jugo emplea <u>do</u> .	Aspecto de la jalea	
	en frío	después de calentada a 70°
5 ml.	no gelifica .	jalea blanda, bien elástica.
7.5 ml.	jalea blanda.	jalea de buena consistencia, bien elástica.
10 ml.	buena, elás-tica.	dura, muy elástica.
15 ml.	dura, elástica	muy elástica, muy consisten-te.
20 ml.	se endurece rápido, la ja-lea no es e-lástica.	dura, poco elástica.

Conclusiones

De los datos que anteceden se deduce:

I) La consistencia de las jaleas aumenta al aumentar la cantidad de jugo péctico presente hasta un límite que osci-la para nuestros jugos entre 10 ml. y 15 ml. por cada 30 g. de glicerina.

II) Para 5 ml. y 7.5 ml. de jugo se obtienen jaleas po-co consistentes, pero buenas por su elasticidad.

III) En ensayos con cantidades superiores a 15 ml. las jaleas carecen de elasticidad, rompiendo sus bordes en for-ma quebrada e irregular presentando aspecto grumoso.

d) Variaciones del poder gelizante con el tiempo de calentamiento.

Se realizaron ensayos hirviendo la mezcla, jugo péctico-glicerina durante tiempos que varían progresivamente.

Ensayo realizado con jugo péctico extraído con ácido tartárico n/100.

Tiempo de ebullición.	Aspecto de la jalea
0 min.	jalea buena, consistente, elástica.
5 min.	jalea buena, elástica, menos consistente que la anterior.
10 min.	jalea buena, regularmente elástica, poco consistente.
20 min.	jalea poco consistente, poco elástica.
30 min.	jalea blanda, poco elástica.
40 min.	líquido gelificado.
50 min.	líquido espeso.
60 min.	líquido sin gelificar.

Ensayo realizado con jugo péctico extraído con ácido tartárico n/100, manteniendo la temperatura a 80°.

Tiempo de calentamiento.	Aspecto de la jalea
15 min.	muy buena, consistente; elástica.
20 min.	muy buena, consistente, elástica.
40 min.	buena, menos consistente que la anterior, elástica.
60 min.	buena, menos consistente que la anterior, elástica.
120min.	blanda, poco consistente, elástica.
Ensayo realizado con jugo péctico "FRUBÉ".	
Tiempo de ebullición	Aspecto de la jalea
0 min.	jalea blanda, elástica.
5 min.	jalea poco consistente.
15 min.	jalea blanda, poco elástica.
30 min.	líquido grumoso.
60 min.	líquido espeso.

Conolusiones

De los datos que anteceden se deduce:

I) La ebullición destruye las jaleas.

II) A medida que aumenta el tiempo de ebullición, disminuye la gelificación.

III) Calentamientos prolongados a temperaturas inferiores de ebullición, disminuye la consistencia pero no destruye la jalea.

Meléndez Brantes
1943

BIBLIOGRAFIA

FOENBA

- ABDERHALDEN, Handbuck der biologischen Arbeits methoden. T.I,
Pags.1661,1669,1678.
- AHMANN,C.F.and HOOKER,H.D. The determination of pectin. Ind.
Eng.Chem.,1926,18,412.
- BENNISON,E.W. and Norris,F.W. The relation between jelly stren-
gth viscosity and composition of varius pectins
Biochem.Jour.,1939,33,1443.
- CARRE,M.H. and HAYNES,D. The stimation of pectin as calcium
the soluble pectin in apples. Biochem.Jour. 1922,
16,60.
- CRUESS,W.V. Jellies and Hams. Commercial fruit and vegetable
products. II edición,III impresión,Nueva York,1938.
- ECKART,H.und GYALOKAY,A.V. Weitere Ergebnisse der pektinfors-
chung. Konservenindustrie,1927,14,13,37.
- ECKART,H. Zur Kennzeichnung von Pektinextrakten. Ztschrf.anal.
Chem.,1937,110,304.
- EMMETT,A.M. and CARRE,M.H. A modification of the calcoium pec-
tate method for the stimation of pectine.Biochem.
Jour.1926,20, 6,.crf.C.L.Hinton.Nueva York,1940.
- FARNELL,R.G.W. Preliminary investigation on the pectin subsp
tances of plants.Indst.Sug.Jour.1923,25,248. cfr.
C.L. Hinton,Nueva York,1940.
- von FELLEBERG,T. Uber den Nachweis und die Bestimmung des
Methylalkohols,sein Vorkommen in den verschiedenen
Nahrungsmittel und das Verhalten der Methyl alko-
holhaltigen Nahrungsmittel im Organismus.Biochem.
Z.,1918,85,48.crf.C.L.Hinton,Nueva York,1940.

- FELLERS, C.R. and CNIFFITH, F.P. Jelly strength measurements of fruit jellies "Bloom-Gelometer". Ind. Eng. Chem., 1928, 20, 857.
- HENGLEIN, F.A. und SCHNEIDER, G.G. Über die Veresterung der Pektinstoffen. Ber. Deutsch. chem. Ges., 1936, 69, 321, 323.
- HINTON, C.L. The quantitative basis of pectin jelly formation in relation to pH conditions. Biochem. Jour., 1940, 34, 1211.
- HINTON, C.L. Fruit Pectins, Nueva York, 1940.
- KONIG, J. Unters von Nahrungs, Genussmitteln und Gebrauchsgegenständen. IIIB, 2 T., pag. 891, (1914).
- LAMPITT, L.H. and MONEY, R.W. Pectin gels. I A method of measurement of the strength of pectin gels. Jour. Soc. Chem. Indm London, 1937, 56, 2901.
- LUERS, H. and LOCHMULLER, K. Die Messung der Gebierkraft von Fruchtpektin. Kolloidzshr., 1927, 42, 154.
- MEHLITZ, A. Über die Pektistoffe. Konservenindustrie, 1925, 12, 86. crf. C.L. Hinton, Nueva York, 1940.
- OHM, A. La viscosidad de soluciones de pectina. II Los efectos del ácido cítrico y de varias azúcares. Ind. Eng. Chem., 1930, 20, 635.
- Ind. Eng. Chem., 1926, 18, 1295.
- OLSEN, A.G. Pectin Studies. I Citrus pectin. Ind. Eng. Chem. 1933, 25, 699.
- III General theory of pectin jelly formation. Jour. Phys. Chem., 1934, 38, 919.

FOEN-DA

- RIVAS, J., VICTORIA, J. Preparación de jugos de manzanas. Ind. y Chimica., 1941, 3, 151.
- SCHNEIDER, G.G. und BOCK, H. Über die konstitution der Pektinstoffe. Ber. deutsch. chem. Ges., 1937, 70, 1617, 1622 y 1628.
- SCHNEIDER, G.G. und BOCK, H. Die quantitative Erfassung der Pektinstoffe. Ztschf. angew. Chem., 1938, 6, 96.
- SCHNEIDER, G.G. und BOCK, H. Über Bestimmung der Pektinstoffe. Chemiker Ztg., 1938, 94.
- SCHNEIDER, G.G. und FRITSCHI, U. Über die Veresterung der Pektinstoffe. III. Mitteil.: Über die Molekülgröße der Pektinstoffe. Ber. deutsch. chem. Ges., 1936, 69, 2537. IV. Mitteil.: Konstitutions ermittlung an Pektinester. Ber. Deutsch. chem. Ges., 1937, 70, 1611. II. Mitteil.: Acetyl und Formyl pektin. Ber. deutsch. chem. Ges., 1936, 69, 2530.
- SILIN, P.M., SILINA, Z.A. Eine Colorimetrische zur Bestimmung der Pektinstoffe. Ztschrf. anal. Chem., 1935, 101, 299; y Chem. Zentrbl., 1933, 104, 1268.
- STEUART, D.W. Zur Bestimmung von Pektin in trocknen Apfeltrestern. Chem. Ztg., 1933, 57, 234. y Ztschrf anal. chem., 1935, 101, 299.
- SUCHARIPA, R. Protopectin and some other constituents of lemon peel. Jour. Am. Chem. Soc., 1924, 46, 145
- SUCHARIPA, R. Experimental data on pectin sugar acid gels. Jour. Assoc. off. Agric. Chem. Wash., 1923, 7, 57.

ROOKER, C. W. Fruit Jellies. Nueva York, 1938.

WILSON, C. P. Ind. Eng. Chem. , 1928, 20, 1302.

TARR, L. W. Fruit jellies. III Jelly strength measurements.

Bull. Univ. Delaw. Agric. Exp. Sta., 1926, N^o 142.

WICHMANN, H. J. Report on determination of pectin in fruit and
fruit product. Jour. Ass. Off. Agric. Chem. Wash.,
1922, 6, 34; 1923, 7, 107; 1924, 8, 123. ofr/ C. L.
Hinton, Nueva York, 1940.

Eine praktische Gelierprobe. Ztschrf. anal. chem. 1935, 101,
299; y Chem. Ztg., 1933, 57, 256.

Über ein neuartiges Schnellverfahren zur Bestimmung der
Gelierfähigkeit von pektin. Ztschrf. anal. Chem.
114, 74; y Chem. Ztg., 1937, 61, 49.

INDICE

Introducción	7
Sustancias pécticas	13
Valoración de pectinas	16
Método del pectato de calcio	16
Método de la acetona	18
Método del alcohol	19
Obtención de jugos pécticos de orujo de manzana	24
Extracción de la sustancia péctica con agua	24
Extracción de la sustancia péctica con ácido	25
Acido clorhídrico	35
Acido tartárico	42
Acido cítrico	48
Acido láctico	54
Acido acético	60
Variación del porcentaje de péctina en los jugos obtenidos con ácido tartárico en relación al tiempo	67
Comparación del jugo péctico obtenido con ácido tartárico n/100 y el ácido clorhídrico n/100, empleando ácido sulfuroso como conservador.	74
Ensayo en fábrica	79
Gelificación	81
Conclusiones.	30, 33, 41, 47, 53, 59, 65, 87, 90, 93.