



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“Recuperación de azúcares a partir de cáscaras de naranja
mediante el método de extracción sólido-líquido”**

TESIS

Para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presentada por:

ANA KAREN FLORES CORONA

Dirección de tesis:

Director:

DR. AGUSTIN JAIME CASTRO MONTOYA

Codirector:

DRA. ANA ALEJANDRA VARGAS TAH

Morelia, Michoacán.

mayo, 2022.

DEDICATORIA

A mis queridos padres José Amparo y Elizabeth, por haber sido mi apoyo durante toda mi carrera universitaria, así como en las diferentes etapas de mi vida. Quienes, al guiarme con su amor, trabajo y sacrificio a través de estos años, me han permitido alcanzar una meta más en mi trayectoria profesional.

A mis hermanos Eduardo y Brianna Sofia, por su gran cariño, presencia y apoyo incondicional a lo largo de mi vida.

Por último, a todas las personas que han hecho que este trabajo se realice con éxito al compartir su conocimiento. A mis amigos por brindarme su ayuda y apoyo en todo momento, desde el principio de esta travesía.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	3
LISTA DE TABLAS	6
LISTA DE FIGURAS	8
RESUMEN.	10
1. INTRODUCCIÓN	14
1.1. Producción de naranja en México	14
1.2. Comportamiento en la actualidad de los combustibles	18
2. MARCO TEÓRICO	19
2.1. La Agroindustria	19
2.1.1. Residuos Agroindustriales	19
2.2. Naranja	20
2.2.1 Condiciones Edáficas y Clima	20
2.2.2. Consumo y Producción de Naranja en México	20
2.2.3. Producción de Jugo de Naranja en México	21
2.2.4. Cáscara de naranja y contenido	22
2.3. Azúcares	23
2.3.1. Glucosa	24
2.3.2. Fructosa	24
2.3.3. Sacarosa	25
2.4. Métodos de recuperación de azúcar	26
2.4.1. Método de extracción sólido-líquido	28
2.5. Aprovechamiento Industrial del Azúcar	31
2.6. Biocombustibles	31

2.6.1. Clasificación	31
2.6.2. Bioetanol.....	32
3. JUSTIFICACIÓN.....	33
4. HIPÓTESIS.....	34
5. OBJETIVO GENERAL	34
6. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	34
7. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	35
7.1. Recolección de cáscaras de naranja.....	35
7.2. Caracterización de la cáscara de naranja	35
7.3. Extracción sólido-líquido a temperatura ambiente.....	38
7.4. Extracción sólido-líquido a 80°C.	42
7.5. Extracción sólido-líquido doble etapa a 80 °C.....	45
7.6. Métodos analíticos.....	48
7.6.1. DNS	48
7.6.2. Cromatografía de líquidos (HPLC)	50
8. RESULTADOS	51
8.1. Caracterización de la cáscara de naranja	51
8.1.1. Porcentaje de humedad	51
8.1.2. Porcentaje de sólido seco.....	51
8.1.3. Porcentaje de azúcares libres	51
8.2. Extracción sólido-líquido a temperatura ambiente.....	52
8.3. Extracción sólido-líquido a 80 °C.	60
8.4. Extracción sólido-líquido a 80 °C doble etapa	67
CONCLUSIONES	75

RECOMENDACIONES	75
BIBLIOGRAFÍA	76

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.	Composición de los residuos de cáscara de naranja.	22
Tabla 2.	Datos obtenidos de la prueba de humedad.	37
Tabla 3.	Indicador de equipos para la Figura 19.	41
Tabla 4.	Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 19.	41
Tabla 5.	Indicador de equipos para la Figura 25.	45
Tabla 6.	Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 25.	45
Tabla 7.	Continuación de la Tabla 6.	45
Tabla 8.	Indicador de equipos para la Figura 27.	47
Tabla 9.	Continuación de la Tabla 8.	47
Tabla 10.	Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 27.	47
Tabla 11.	Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 27.	47
Tabla 12.	Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 27.	47
Tabla 13.	Indicador de equipos para la Figura 31.	53
Tabla 14.	Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 31.	54
Tabla 15.	Contenido de azúcares en la corriente 5 de la Figura 31.	54
Tabla 16.	Indicador de equipos para la Figura 32.	56
Tabla 17.	Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 32.	57
Tabla 18.	Contenido de azúcares en la corriente 5 de la Figura 31.	57
Tabla 19.	Concentración de azúcares determinados por cromatografía de líquidos (HPLC),	

para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente (T_a), partiendo de 500 g de cáscaras de naranja.	59
Tabla 20. Indicador de equipos para la Figura 33.	60
Tabla 21. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 32.	61
Tabla 22. Contenido de azúcares en la corriente 7 de la Figura 31.	61
Tabla 23. Indicador de equipos para la Figura 34.	64
Tabla 24. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 32.	64
Tabla 25. Contenido de azúcares en la corriente 7 de la Figura 31.	65
Tabla 26. Concentración de azúcares determinados por cromatografía de líquidos (HPLC), para la extracción sólido-líquido a una temperatura de 80°C considerando 93.3333 y 70 g de cáscaras de naranja respectivamente.	66
Tabla 27. Indicador de equipos para la Figura 35.	67
Tabla 28. Continuación de la Tabla 20.	68
Tabla 29. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 35.	68
Tabla 30. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 35.	69
Tabla 31. Contenido de azúcares en la corriente 8 de la Figura 31.	69
Tabla 32. Contenido de azúcares en la corriente 12 de la Figura 31.	70
Tabla 33. Concentración de azúcares determinados por cromatografía de líquidos (HPLC), para la extracción sólido-líquido doble etapa a 80°C considerando 73.25 g de cáscaras de naranja	73
Tabla 34. Resumen de porcentajes de extracción de azúcares para cada extracción sólido-líquido.	74

LISTA DE FIGURAS

Fig. 1.	Producción de naranja para el año 2017.....	15
Fig. 2.	Producción de Naranja en México para los últimos diez años.	16
Fig. 3.	Producción Mundial de naranja.....	17
Fig. 4.	Destino de Exportación de naranja.....	21
Fig. 5.	Estructura química de la glucosa.....	24
Fig. 6.	Estructura química de la fructosa.	25
Fig. 7.	Estructura química de la sacarosa.....	25
Fig. 8.	Extractor Soxhlet.	27
Fig. 9.	Extracción sólido-líquido por contacto único.....	29
Fig. 10.	Extractor de contacto simple.	30
Fig. 11.	Cáscaras de naranja.	35
Fig. 12.	Trozos de cáscara de naranja.....	36
Fig. 13.	Restos sólidos de cáscara de naranja después de perder su humedad.	36
Fig. 14.	Procesamiento de la cáscara de naranja.....	38
Fig. 15.	Procesamiento de la cáscara de naranja.....	39
Fig. 16.	Proceso de centrifugación.....	39
Fig. 17.	Proceso de centrifugación.....	40
Fig. 18.	Líquido obtenido del centrifugado.	40
Fig. 19.	Diagrama de flujo para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente.....	41

Fig. 20.	Cuantificación de la muestra.	42
Fig. 21.	Incremento de temperatura en la muestra.	42
Fig. 22.	Líquido resultante de la centrifugación.	43
Fig. 23.	Restos sólidos de cáscara de naranja sin humedad para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/ agua destilada, P/P).....	43
Fig. 24.	Restos sólidos de cáscara de naranja sin humedad para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/ agua destilada, P/P).....	44
Fig. 25.	Diagrama de flujo para la extracción sólido-líquido a 80 °C.	44
Fig. 26.	Restos sólidos de cáscara de naranja sin humedad (relación en peso 1:3).	46
Fig. 27.	Diagrama de flujo para la extracción sólido-líquido a 80 °C doble etapa.	46
Fig. 28.	Toma de muestras.	48
Fig. 29.	Cambio de coloración.	49
Fig. 30.	Toma de absorbancia en el espectrofotómetro.	49
Fig. 31.	Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a T_a para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/agua destilada, P/P).	53
Fig. 32.	Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a T_a para la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).	56
Fig. 33.	Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a T_{80} para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/agua destilada, P/P).	60
Fig. 34.	Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a T_{80} para la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).	63
Fig. 35.	Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido doble etapa a 80 °C para la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).....	67

RESUMEN

En México se produce una considerable cantidad de naranjas al año, uno de los usos de la naranja es la extracción de su jugo en el sector industrial. En este sector uno de los principales residuos son las cáscaras de naranja, las cuales se producen en gran volumen, por lo que se les considera un problema y generalmente se desechan; sin embargo, tienen el potencial de ser valorizadas debido a sus diferentes componentes. Dentro de estos componentes se encuentran las esencias y los azúcares remanentes en el jugo, como la glucosa y fructosa, las cuales al recuperarse podrían ser empleadas en procesos fermentativos.

Por lo anterior, el presente trabajo propone la recuperación de los azúcares de las cáscaras de naranja (obtenidas después de la extracción del jugo) empleando un proceso de extracción sólido-líquido. Este proceso se llevó a cabo con modificaciones en la relación sólido-líquido, la temperatura y en el número de etapas de extracción en las distintas partes del proceso experimental.

Se realizaron diferentes extracciones sólido-líquido con relaciones en peso de 1:2 y 1:3 (cáscaras de naranja/agua destilada, P/P) para distintas condiciones, la primera a temperatura ambiente, la segunda a una temperatura de 80 °C; y la tercera de forma análoga a la segunda condición, pero con dos etapas de extracción. El rendimiento de cada una de las extracciones se evaluó de acuerdo a que el 50 % del contenido de los sólidos secos de la cáscara de naranja son azúcares libres.

Conforme a lo anterior, la máxima recuperación de azúcares se alcanzó con el uso de la muestra con relación en peso 1:3 (cáscaras de naranja/agua destilada, P/P) a una temperatura de 80 °C y dos etapas de extracción. Con lo cual se observó que la recuperación de azúcares totales es del 88.83 %.

De acuerdo al porcentaje de extracción obtenido, se concluye que es factible la valorización de la cáscara de naranja mediante la recuperación de los azúcares libres que posee.

Palabras Clave: Industria, proceso, residuo, valorización, rendimiento.

ABSTRACT

Mexico produces a considerable amount of oranges of year, one of the uses of oranges is in the extraction of their juice in the industrial sector. In this sector, one of the main residues is orange wastes, which are produced in large volumes, consequently, they are considered a problem and are generally discarded; however, they have the potential to be valued due to their different components. Among these components are the essences and sugars remaining in the juice, such as glucose and fructose, which, when recovered, could be used in fermentation processes.

Therefore, the present work proposes the recovery of sugars from orange wastes (obtained after juice extraction) using a solid-liquid extraction process. This process was done with modifications in the solid-liquid ratio, the temperature and the number of extraction stages in the different parts of the experimental process.

Different solid-liquid extractions were performed with ratios in weight of 1:2 and 1:3 (orange wastes/distilled water, P/P) for different conditions, the first an ambient temperature, the second at an 80 °C temperature, and the third analogous to the second condition, but with two extraction stages. The yield of each extraction was evaluated according to the fact that 50 % of orange wastes' dry solids content are free sugars.

According to the above, the maximum recovery of sugars was achieved with the use of the sample with 1:3 weight ratio (orange wastes/distilled water, P/P) at an 80 °C temperature and two extraction stages. Thus, it was observed that the recovery of the total sugars is 88.83 %.

After the manner of the extraction percentage obtained, it is feasible to valorize the orange waste by recovering the free sugars it contains.

Keywords: Industry, process, waste, recovery, performance.

AGRADECIMIENTOS

Le agradezco a mis padres, José Amparo y Elizabeth, por brindarme la oportunidad de ser un profesionista, pues fueron partícipes de esta meta que hoy culmina. Por estar conmigo en los momentos de alegría hasta aquellos en los que la angustia los caracterizaba. Estoy infinitamente agradecida por ser su hija y tener su presencia en mi vida.

A mi hermano Eduardo, por brindarme su ayuda siempre, cuando más la he necesitado y por ser una guía en mi vida.

A mi hermana Brianna Sofia, pues ella desde su llegada a nuestra familia nos ha brindado una gran alegría y un brillo especial a nuestros ojos.

A mi primo José Manuel, quien ha sido un gran amigo desde la infancia, ya que me ha acompañado a lo largo de mi vida en cada uno de mis logros, en mis momentos de alegría y tristeza.

Quiero manifestar mi gratitud a mis asesores: el Dr. Agustín Jaime Castro Montoya y la Dra. Ana Alejandra Vargas Tah, por su apoyo, tiempo de dedicación y por haber compartido conmigo todos sus conocimientos. Asimismo, agradecer sus enseñanzas, por confiar en mí y por brindarme un espacio durante mi estadía. Pues debido a ello fue posible el desarrollo del presente trabajo.

De igual manera quiero externar mis agradecimientos a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, con mención especial a la Facultad de Ingeniería Química, a mis profesores, quienes a través de sus conocimientos, paciencia y dedicación; permitieron que se forjara un profesionista día con día, por lo cual estoy ampliamente agradecida.

Quiero agradecer a Taylor Swift y su álbum folklore, porque gracias a su armonía musical logre ver en el cielo diferentes matices de azul, aún en mis días más grises.

De manera especial quiero agradecer profundamente a mis amigos: Dulce María Aguilar Murguía, Andrea Díaz Díaz, Circe Valeria Olivo Huerta, Marlem Castillo López, José Abel Hernández Rangel, André Jazael Nava Cortés, Laura Patricia Padilla Jiménez, Irvin Said Mariles Regalado, José Alejandro Alcauter Arreola y Roberto Torres Hernández; pues ellos

recorrieron conmigo por este camino llamado universidad. Sin la presencia de ellos esta meta no sería alcanzada, es por ello que deseo compartirles este merito que hoy tengo en mis manos.

A Pedro Vega Estrada por ser un gran amigo y un pilar para mí en los tiempos más difíciles, por acompañarme en este proceso y brindarme su ayuda incondicional.

1. INTRODUCCIÓN

El cultivo de naranjas es una industria relevante y cuya producción es importante para las economías de los Estados Unidos (Florida y California), Brasil, México, Pakistán, China, India, Irán y la mayoría de los países mediterráneos. Según la Base de Datos Estadística de la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAOSTAT), la producción mundial de naranja para el año 2019 fue de 78, 699, 604 toneladas (FAOSTAT, 2021). México es un destacado productor de naranja a nivel mundial, donde cabe resaltar la utilización de la naranja en la industria de extracción de jugos, su procesamiento genera una cantidad de residuos de cáscara de naranja de gran importancia.

El jugo de naranja es un importante sector económico agroindustrial que, en consecuencia, maneja una gran cantidad de residuos de cáscara de naranja. Los desechos de naranja presentan un alto potencial para su valorización mediante su composición en aceites esenciales para la industria química (Ortiz et al., 2020).

1.1. Producción de naranja en México

De acuerdo a la SAGARPA (Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación) actualmente las importaciones mundiales han aumentado 28.25% en la última década, lo que ha generado un aumento en las exportaciones mexicanas principalmente con destino a Estados Unidos, Reino Unido y Países Bajos. En la Figura 1, que se muestra a continuación se describe: la *producción* de naranjas siendo de 4.60 millones de toneladas, la *exportación* de naranjas donde fue de 0.06 millones de toneladas y el *consumo anual* de naranjas dado por la cantidad de 4.58 millones de toneladas, para el año del 2016 (SAGARPA, 2016).



Fig. 1. Producción de naranja para el año 2017.

El SIAP (Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera), reporta en la Figura 2 la producción de naranja en México para los últimos diez años. Siendo una producción importante de naranja, ya que para el año 2020 la producción de naranja en México fue de 4,648,619 toneladas (SIAP, 2021).

En la Figura 2 se observa que la cantidad de naranjas producidas para el año 2020 fue de 4, 648, 619 toneladas (SIAP, 2021), donde el porcentaje de naranjas procesadas para ese año fue del 32.5%, por lo que la porción de naranjas procesadas fue de 1,510,801.175 toneladas (USDA, 2021). De las cuales el 50% representa su cáscara, por lo que la cantidad de cáscaras de naranja emitidas al medio ambiente por procesamiento es de 755, 400.5875 toneladas (Cypriano et al., 2018; Wang et al., 2015).

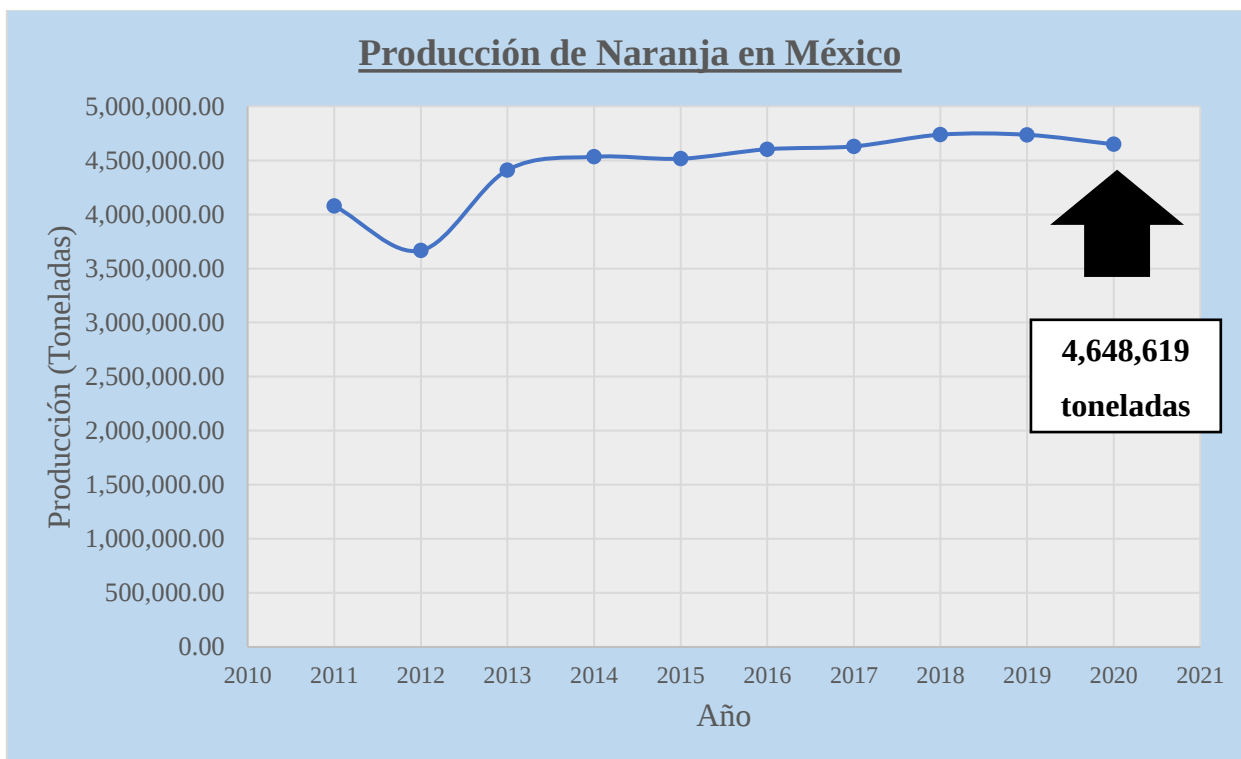


Fig. 2. Producción de Naranja en México para los últimos diez años.

Por otro lado, la producción global de naranja está en constante aumento, lo cual nos hace pensar en la cantidad de residuos que se tienen al año, dicha producción se muestra a continuación en la Figura 3 (FAOSTAT, 2021).

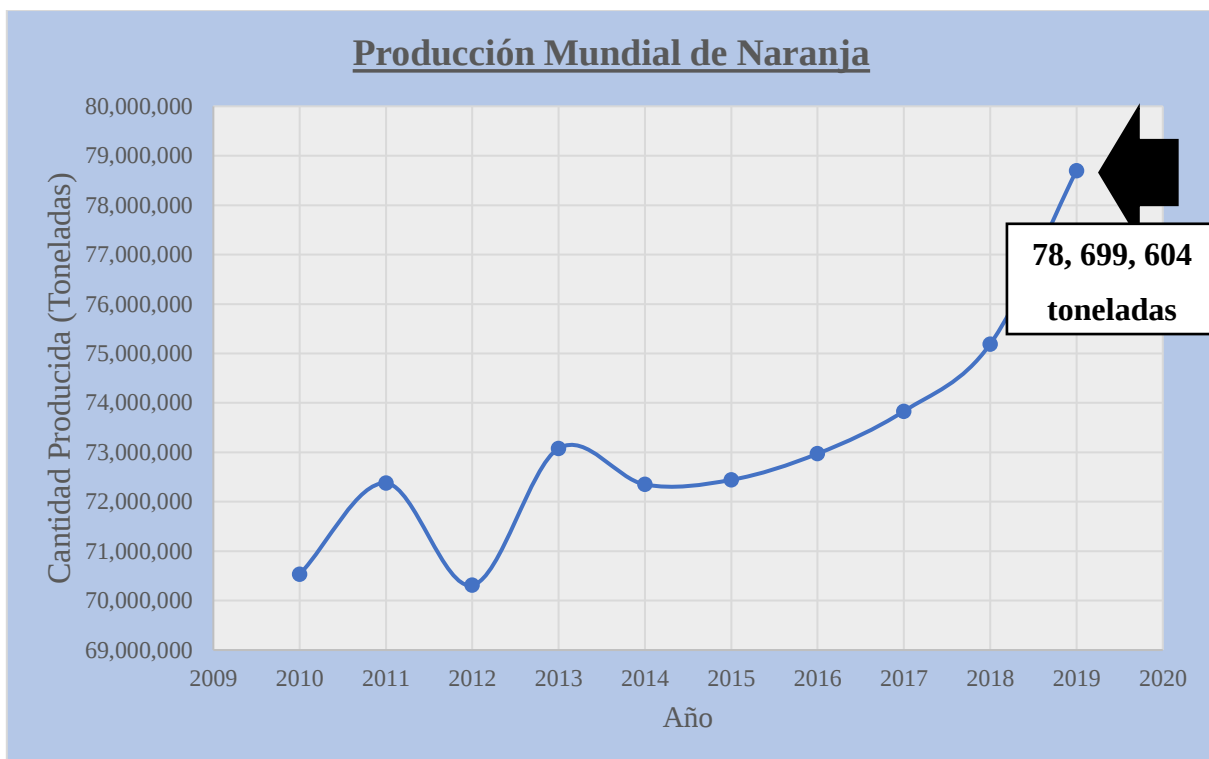


Fig. 3. Producción Mundial de naranja.

Los desechos de cáscara de naranja son esencialmente un residuo importante en muchos países y representan más un problema que una oportunidad. La mayor parte de este procesamiento de residuos está relacionado con productos de bajo valor agregado e incluye la generación de otros residuos (Ortiz et al., 2020).

El porcentaje de residuos de cáscara de naranja a recuperar mediante la producción de jugo es muy alto, la mayoría no tiene un uso, sin embargo, estos residuos tienen potencial para recuperar azúcares de acuerdo a lo reportado en la literatura. A partir de ello se puede realizar un bioproducto como etanol, esto con el fin de generar combustibles más amigables con el medio ambiente.

Por ello, es fundamental la valorización de los residuos de cáscara de naranja como búsqueda de un mejor aprovechamiento del mismo.

1.2. Comportamiento en la actualidad de los combustibles

Actualmente nos encontramos bajo una situación desconsiderada para el medio ambiente, cada día está más afectado y en gran parte se debe al uso de combustibles fósiles. Los combustibles fósiles son, en gran cantidad, la mayor fuente de emisiones de gases de efecto invernadero y sus reservas son escasas, variables y están distribuidas de manera desigual. Todos los esfuerzos para reducir las emisiones de efecto de gas invernadero se concentran en cambiar el tipo de energía que se utiliza (Ortiz et al., 2020). En particular, se estima que la concentración de dióxido de carbono en la atmósfera, que afecta significativamente el calentamiento global, aumentó en 4.1 mil millones de toneladas entre 2007 y 2020. Se espera que los 8 mil millones de toneladas adicionales de dióxido de carbono se liberen a la atmósfera a partir de 2020 hasta 2035 (Hun et al., 2020).

Aproximadamente el 88% del consumo energético mundial sigue dependiendo de los combustibles fósiles y es usado como una fuente de energía importante, por ejemplo, en la calefacción, cocina, transporte y generación de energía térmica (Hun et al., 2020).

El consumo de fuentes de energía aumenta constantemente con el aumento de la población mundial que afecta nuestras condiciones socioeconómicas (Gaur et al., 2020). Es importante el desarrollo de productos amigables con el medio ambiente como lo son los biocombustibles, ya que estos afectan en un menor porcentaje a nuestro planeta.

El uso de biocombustibles es un campo de oportunidad, pues es un área que se puede aprovechar ampliamente. Existe un aumento significativo en el número de desechos orgánicos, con los cuales se puede aprovechar para la producción de nuevos biocombustibles. Donde se usaría un material que se había considerado como desecho, además de obtener un beneficio de él, como es la obtención de una ganancia.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. La Agroindustria

Se dice que es una “actividad que integra la producción primaria agrícola, pecuaria o forestal, el proceso de beneficio o transformación, así como la comercialización del producto, sin dejar de lado los aspectos de administración, mercadotecnia y financiamiento”. Dicho, en otros términos, es una actividad económica que combina el proceso productivo agrícola con el industrial para generar alimentos o materias primas semi-elaboradas destinadas al mercado. También se dice que constituye una parte del sector industrial que se dedica a producir y/o transformar, almacenar y comercializar productos provenientes del campo. Entre los productos que se industrializan están: frutas, verduras, raíces, semillas, hojas, tubérculos y vainas; algunos se comercializan en fresco y otros son transformados en néctares, jugos, mermeladas, ensaladas, harinas, aceites, vinos, concentrados en polvo y conservas, por mencionar algunos (Bohórquez, 2012).

La tendencia mundial es el notable crecimiento en la generación de residuos, derivado del incremento en la generación de productos comercializables (Saval, 2012).

2.1.1. Residuos Agroindustriales

Los residuos agroindustriales son materiales en estado sólido o líquido que se generan a partir del consumo directo de productos primarios o de su industrialización, y que ya no son de utilidad para el proceso que los generó, pero que son susceptibles de aprovechamiento o transformación para generar otro producto con valor económico, de interés comercial y/o social (Saval, 2012).

Generalmente se tiende a llamar de distintas formas a los siguientes términos: subproductos, residuos y desechos, sin importar que existe una diferencia conceptual entre ellos. Un “subproducto” es un producto secundario, bien conocido, generalmente útil, comercializable y por lo tanto con valor agregado, que resulta de un proceso industrial. El término de “residuos”, se aplica a todos aquellos que pueden tener o no un valor comercial, porque son poco comunes o en su defecto porque se generan en bajas cantidades; sin embargo, algunos de sus

constituyentes aún en baja proporción, le pueden conferir algún interés para su utilización (Saval, 2012).

Uno de los residuos de gran importancia en México es la cáscara de naranja, ya que se genera en una cantidad considerable debido a su uso industrial.

2.2. Naranja

Nombre científico: *Citrus sinensis*

Consta de varios carpelos o gajos de fácil separación, su contenido es una pulpa de color cuyo color es cercano al anaranjado y el rojo. Además, contiene varias semillas y numerosas células jugosas cubiertas por un exocarpo coriáceo o cáscara color anaranjado donde el interior es blanco, con numerosas glándulas llenas de aceites esenciales (SAGARPA, 2016).

2.2.1 Condiciones Edáficas y Clima

Se suele desarrollar de mejor manera en los suelos permeables y poco calizos, con pH de 5.5 a 6. La temperatura óptima para su desarrollo es de 20 a 25 °C. También es necesario que se presente una precipitación media anual de 1,200 a 2,000 mm (SAGARPA, 2016).

2.2.2. Consumo y Producción de Naranja en México

El reporte del 2020 aportado por USDA (United States Department of Agriculture) nos dice que se estima que la sequía y las altas temperaturas de México reducirán la cosecha de naranjas casi a la mitad este año, ya que la producción cae a 2.5 millones de toneladas, lo que sería la cosecha más baja desde principios de la década de 1990. La sequía actual y las altas temperaturas han afectado la producción de naranjas de manera más drástica que otras frutas cítricas porque muchos naranjos son más viejos y requieren más agua para producir frutos. En Veracruz, el estado productor más grande, las altas temperaturas fueron más problemáticas en octubre y noviembre de 2019. Las temperaturas intensas y la falta de lluvia durante la temporada de crecimiento resultaron en un deterioro generalizado de la calidad de la fruta, con un tamaño reducido en la mayoría de los estados productores. Se prevé que el consumo disminuirá en un

tercio y se estima que la fruta utilizada para el procesamiento caerá casi un 60 por ciento con la caída de los suministros. Se prevé que las exportaciones de naranja se mantendrán sin cambios y se espera que más del 95 por ciento de las exportaciones continúen dirigiéndose a los Estados Unidos (USDA, 2020).

Por otra parte, la SAGARPA (Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación) nos reporta en la figura mostrada a continuación (Figura 4), que para el año 2016 la exportación de naranja fue de 47.6 millones de toneladas para Estados Unidos, 4.4 millones de toneladas para Reino Unido, 2.1 millones de toneladas para Países Bajos y 0.8 millones de toneladas para otros países (SAGARPA, 2016):



Fig. 4. Destino de Exportación de naranja.

2.2.3. Producción de Jugo de Naranja en México

Se proyecta que la producción de jugo de naranja en México para el 2020, disminuirá en más de la mitad, quedando en 90,000 toneladas debido a reducciones significativas en los suministros

de naranja disponibles para procesamiento. Tanto el consumo como las exportaciones disminuirán, lo que reduce significativamente las existencias de naranja (USDA, 2020).

2.2.4. Cáscara de naranja y contenido

La cáscara de naranja es el residuo resultante de un procesamiento de extracción del jugo de naranjas (Siles et al., 2016).

La composición de estos desechos es abundante en polisacáridos estructurales y polímeros relacionados, incluida la celulosa (18-20% P/P basado en sólidos secos (DS)), hemicelulosa (14-16% P/P DS), pectina (20-22 % P/P DS) y lignina (5-7% P/P DS). También es abundante en azúcares libres, como lo son la glucosa, fructosa y sacarosa (aproximadamente 30-36% P/P DS), así como otros componentes como aceites esenciales (0.3-0.5% P/P DS) y proteínas (hasta 8% P/P DS), los datos se muestran en la Tabla 1 (de la Torre et al., 2019).

Tabla 1. Composición de los residuos de cáscara de naranja.

Componente	Porcentaje (base en peso seco)
Humedad (% base húmeda)	79.1 ± 0.01
Ceniza	3.3 ± 0.20
Proteína	6.6 ± 0.30
Azúcares libres	50.0 ± 2.01
Aceites esenciales	0.7 ± 0.01
Fenólicos	0.6 ± 0.07
Pectina	22.0 ± 0.02
Lignina	1.2 ± 0.05
Soluble	0.2 ± 0.03
Insoluble	0.9 ± 0.01
Hemicelulosa	5.4 ± 0.19
Xilano	1.1 ± 0.06

Galactano	2.0 ± 0.07
Arabinan	1.8 ± 0.06
Manan	0.5 ± 0.01
Celulosa	9.2 ± 0.21

2.3. Azúcares

Los carbohidratos son muy diversos por lo que los podemos encontrar en todos los organismos vivos. Un claro ejemplo de ellos son el azúcar y el almidón, estos carbohidratos los encontramos en los alimentos y en el algodón. Además, en el recubrimiento que rodea a las células vivas, podemos encontrar carbohidratos modificados, también otros carbohidratos forman parte de los ácidos nucleicos que llevan nuestra información genética, y otros los encontramos como medicamentos (McMurry, 2008).

La palabra **carbohidrato** deriva históricamente a partir del hecho de que la glucosa, el primer carbohidrato simple que se obtuvo puro, con la fórmula molecular $C_6H_{12}O_6$ y dado que originalmente se pensaba que era un “hidrato de carbono, $C_6(H_2O)_6$ ”. Este punto de vista se abandonó pronto, pero el nombre siguió siendo usado. El término *carbohidrato* hace referencia a una clase amplia de aldehídos y cetonas polihidroxilados que comúnmente son llamados *azúcares*. La glucosa, también conocida con el nombre de dextrosa en el área médica, es el ejemplo más familiar (McMurry, 2008).

*Los carbohidratos se clasifican por lo general como simples y complejos. Los **azúcares simples**, o **monosacáridos**, son carbohidratos como la glucosa y la fructosa que no pueden convertirse en azúcares más pequeños por hidrólisis. Los **carbohidratos complejos** están formados de dos o más azúcares simples unidos entre sí por enlaces de acetal; por ejemplo, la sacarosa (azúcar de mesa) es un disacárido compuesto de una glucosa unida a una fructosa. De manera similar, la celulosa es un polisacárido estructurado con varios millares de unidades de glucosa unidas entre sí. La hidrólisis catalizada por una enzima de un polisacárido lo rompe en sus monosacáridos constituyentes* (McMurry, 2008).

2.3.1. Glucosa

La D-glucosa, se encuentra en cantidades importantes en todo el mundo vivo. Es el principal combustible de las células. En los animales, la glucosa es la fuente de energía preferida de las células cerebrales y de las células que tienen pocas mitocondrias o que carecen de ellas, como los eritrocitos. Las células que tienen un aporte limitado de oxígeno, como las del globo ocular, utilizan también grandes cantidades de glucosa para generar energía (McKee and McKee, 2020). En la figura que se muestra a continuación (Figura 5) se observa la estructura química de la glucosa (McMurry, 2008).

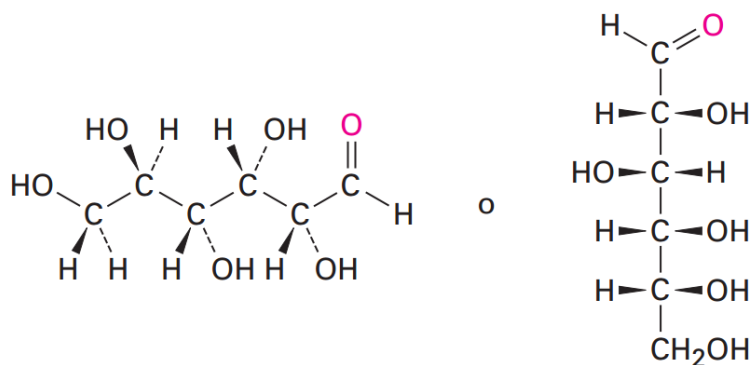


Fig. 5. Estructura química de la glucosa.

2.3.2. Fructosa

La D-fructosa, originalmente denominada levulosa, suele llamarse azúcar de la fruta por su contenido elevado en los frutos. Se encuentra también en algunos vegetales y en la miel. Esta molécula es un miembro importante de la familia de azúcares cetosas. Por gramo, la fructosa es dos veces más dulce que la sacarosa. Por lo tanto, puede utilizarse en cantidades menores. Por esta razón, la fructosa se utiliza a menudo como agente edulcorante en los productos alimenticios procesados (McKee and McKee, 2020). En la figura que se muestra a continuación (Figura 6) se observa la estructura química de la fructosa (McKee and McKee, 2020).

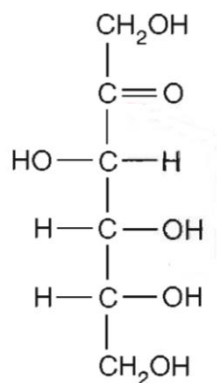


Fig. 6. Estructura química de la fructosa.

2.3.3. Sacarosa

La sacarosa (el azúcar de mesa: azúcar de caña [*Saccharum officinarum*] o azúcar de remolacha [*Beta vulgaris*]) se produce en las hojas y tallos de las plantas. Es una fuente de energía que se transporta por toda la planta. La sacarosa, que contiene un residuo de glucosa α y otro de fructosa β , se diferencia de los demás azúcares en los que los monosacáridos están unidos por un enlace glucosídico entre ambos carbonos anoméricos. Dado que ninguno de ellos anillos de monosacárido puede revertir a la forma de cadena abierta, la sacarosa es un azúcar no reductor (McKee and McKee, 2020). En la figura que se muestra a continuación (Figura 7) se observa la estructura química de la sacarosa (McMurry, 2008).

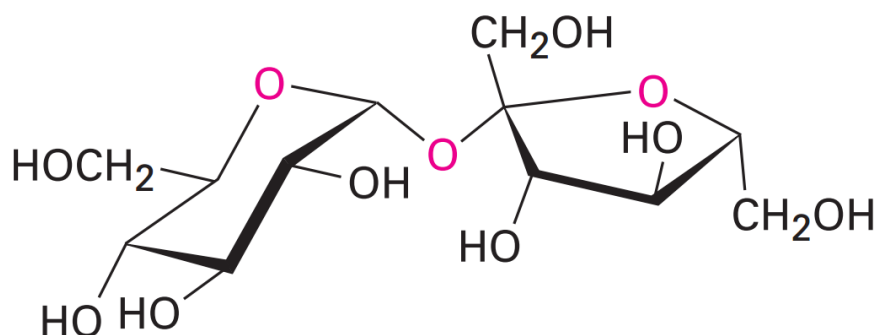


Fig. 7. Estructura química de la sacarosa.

2.4. Métodos de recuperación de azúcar

Existen diferentes métodos para la recuperación de azúcares, entre los cuales se encuentran: extracción sólido-líquido (SLE), extracción con líquido presurizado (PLE), extracción asistida por microondas (MAE) y extracción Soxhlet (Carabias-Martínez et al., 2005).

- Extracción sólido-líquido

Este método de extracción, donde se recuperan sustancias de un sólido, suele ser llamado lixiviación o extracción sólido-líquido (Seader et al., 1998). *La extracción sólido-líquido es una operación básica cuya finalidad es la separación de uno o más componentes contenidos en una fase sólida, mediante la utilización de una fase líquida o disolvente (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).*

- Extracción con líquido presurizado

Esta técnica fue descrita por primera vez en 1995. Se basa en el uso de temperaturas mayores al punto de ebullición del disolvente, por lo cual la presión dentro de la celda de extracción se debe mantener alta para que el solvente continúe en estado líquido. Cabe mencionar, este tipo de técnica tiene una ventaja, puesto que tiene un ahorro en tiempos, uso de solventes, automatización y eficiencia. Este método puede ser muy adecuado para la extracción de monosacáridos y polialcoholes presentes en muestras de madera (Alañón et al., 2009). Entre una de sus ventajas a comparación a la extracción MAE no se requiere de un paso adicional de filtración, esto se debe a que los componentes de la matriz que no se disuelve en el solvente de extracción pueden ser retenidos dentro de la celda de extracción de la muestra; lo que resulta muy conveniente respecto a la automatización y acoplamiento en línea de las técnicas de extracción y separación (Carabias-Martínez et al., 2005).

- Extracción asistida por microondas

La extracción asistida por microondas (MAE), es una tecnología ecológica que proporciona una transferencia de energía rápida y un calentamiento simultáneo del material y el conjunto de

disolventes. Permitiendo un mejor rendimiento de la extracción, una reducción del tiempo de extracción y una menor cantidad de disolvente usado (Dahmoune et al., 2021).

- Extracción Soxhlet

En la figura que se muestra a continuación (Figura 8), se describe un extractor Soxhlet. En el cual se observa que el disolvente encargado de la extracción, se lleva a la ebullición en una caldera, los vapores que son recolectados en el condensador se trasladan a un recipiente que contiene el sólido junto con el soluto a extraer. El extracto es enviado una vez más a la caldera, donde se producen vapores del disolvente una vez más, que son utilizados en futuras extracciones. De manera que, en la caldera se va acumulando el soluto y agotándose el sólido (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

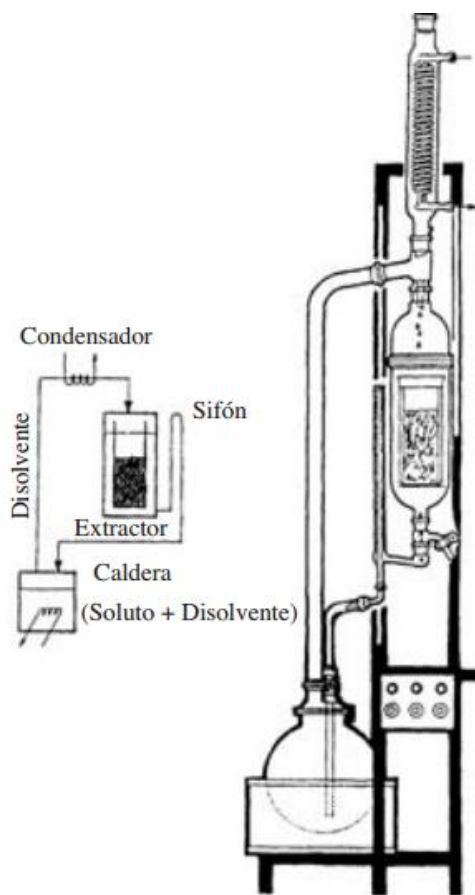


Fig. 8. Extractor Soxhlet.

2.4.1. Método de extracción sólido-líquido

Esta operación básica suele ser utilizada para distintos fines, por ejemplo, la eliminación de algún componente que no es deseado en un sólido a través de un disolvente. O algunas veces se deseará obtener un componente de alto valor contenido en un sólido inerte. En donde el componente o los distintos componentes que son transferidos desde la fase sólida hacia la fase líquida, es denominado soluto; en tanto al sólido que es insoluble es llamado inerte. El soluto puede estar contenido en el sólido inerte de distintas maneras, por lo que puede estar disperso en el material insoluble, o estar recubriendo su superficie. En algunas otras ocasiones podrá estar adherido o retenido en el sólido inerte. Además, también podría estar en su estructura molecular (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

Temperatura de lixiviación. Por lo general se suelen utilizar altas temperaturas, esto se debe a que al usar elevadas temperaturas durante el proceso se produce una mayor solubilidad del soluto en el disolvente, por lo que se obtiene una mayor concentración en el licor de lixiviación. Además, al incrementarse la temperatura, la viscosidad del líquido se disminuye y se incrementa las difusividades; lo que provoca un incremento en la rapidez de lixiviación. Aunque en algunos casos al incrementar a temperaturas muy elevadas, puede provocar la producción excesiva de solutos indeseados o el deterioro químico del sólido (Treybal, 1980).

Este tipo de operaciones se llevan a cabo en una sola etapa o en múltiples etapas. Cuando se refiere a la operación realizada en una sola etapa, esta se lleva a cabo en un equipo en donde se ponen en contacto las fases (el sólido y el disolvente), durante un tiempo determinado, de tal forma que se lleva a cabo la transferencia de materia entre los componentes de las fases y a medida que avanza el tiempo se aproxime al equilibrio. Cuando es alcanzado el equilibrio, se realiza la separación mecánica de las fases (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

- **Extracción sólido-líquido por contacto simple**

Este tipo de operación suele ser en discontinuo o intermitente. *Se pone en contacto un alimento (R_A) con todo el disolvente a utilizar (D), para obtener un refinado R_1 , que contiene sólido inerte y la solución retenida por él, y un extracto E_1 que contiene la solución formada, mostrado a continuación en la Figura 9* (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

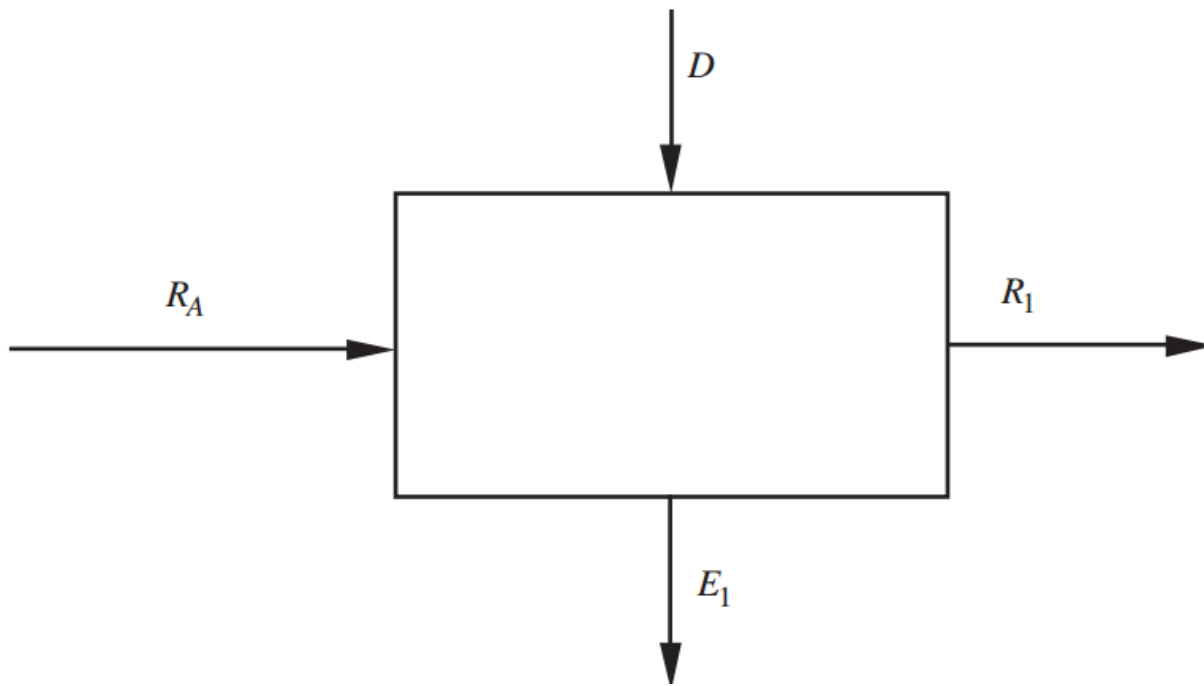


Fig. 9. Extracción sólido-líquido por contacto único

- **Extractores de contacto simple**

Este tipo de extractores constan, esencialmente, de un depósito o recipiente abierto con un falso fondo. Las partículas sólidas se colocan en el depósito sobre el falso fondo, que suele ser un tipo de filtro o rejilla; distribuyéndose el disolvente sobre la superficie del sólido, de forma que se realiza una percolación de aquel sobre este. La disolución resultante atraviesa el falso fondo, de manera que se puede recolectar como extracto. En la mayoría de los casos el disolvente se añade en tal cantidad que en realidad la carga se halla sumergida en el disolvente, la ilustración de este tipo de equipos se muestra en la Figura 10 (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

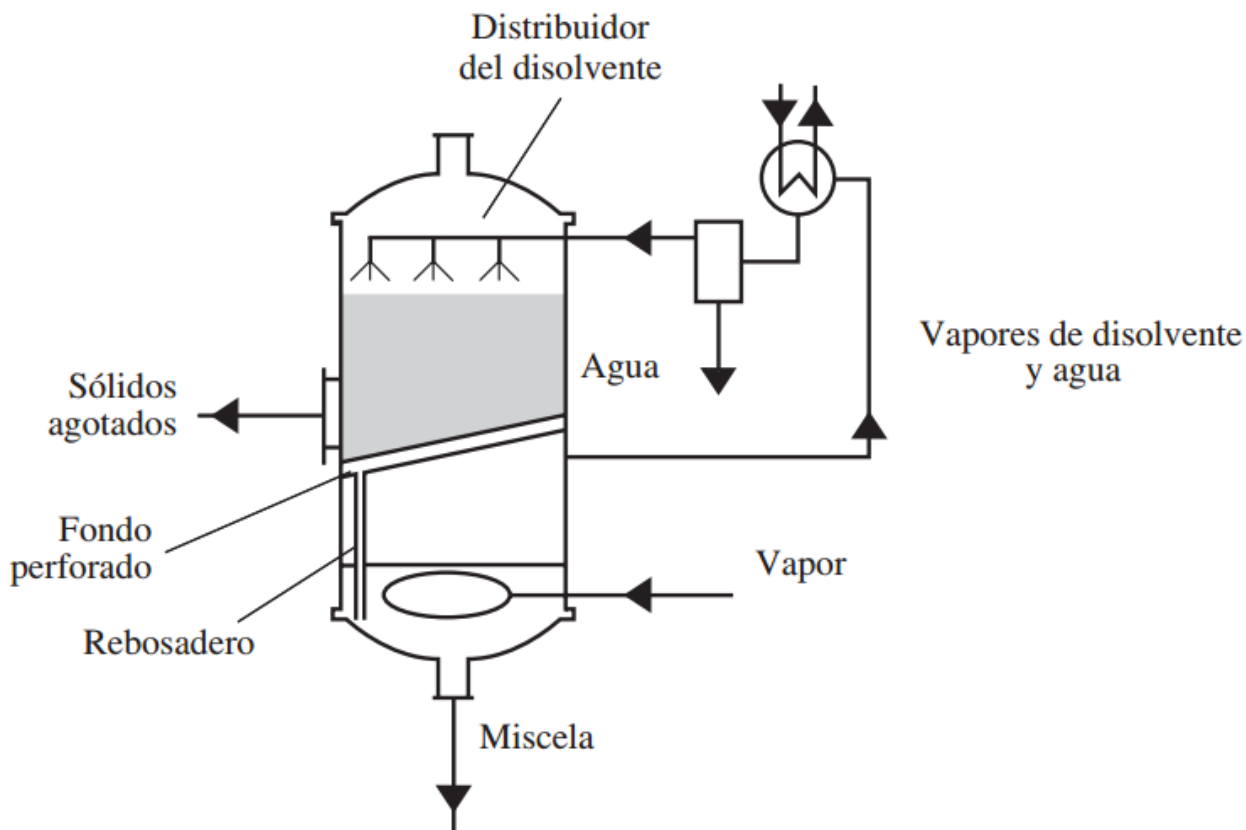


Fig. 10. Extractor de contacto simple.

En la figura anterior (Figura 9), se describe un extractor discontinuo de contacto simple con el fin de realizar la extracción de aceite de semillas. El equipo consta de un depósito cilíndrico cerrado, en el que se encuentran dos zonas divididas por una partición inclinada. En la zona superior se cargan las semillas, que son rociadas por el disolvente a través de un distribuidor. El disolvente se traslada a través del lecho de semillas, y es aquí donde se lleva a cabo la extracción de aceite. El extracto pasa a la cavidad inferior, donde es colocado hasta la ebullición, junto con el agua que haya sido extraída de las semillas. Los vapores del disolvente junto con el agua son trasladados al condensador, los condensados pasan a un separador, esto con el fin de eliminar el agua y así mismo alimentar el disolvente de la cámara de extracción (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

La aplicación de estos extractores, es por lo general en pequeñas industrias donde son utilizados para la extracción de azúcar de remolacha, aceite de semillas oleaginosas y frutos secos (Ibarz and Barbosa-Cánovas, 2005).

2.5. Aprovechamiento Industrial del Azúcar

El bioetanol se puede producir a partir de materias primas que contienen azúcares fermentables, especialmente materias primas que contienen sacarosa, como la caña de azúcar o la remolacha azucarera. La caña de azúcar es la principal materia prima para la producción de etanol en países tropicales como Brasil, India y Colombia. Esta materia prima se puede usar en forma de jugo de caña o melaza de caña. La melaza de caña y diferentes corrientes que contienen azúcar como el jarabe y el jugo de caña de tipo B se utilizan para producir bioetanol en Colombia. La melaza de remolacha es la principal materia prima para la producción de etanol en Francia junto con el trigo (Cardona et al., 2009).

2.6. Biocombustibles

Para que los combustibles fósiles se formen debajo de la corteza terrestre se necesita un período de años por un proceso llamado fosilización. En cambio, los biocombustibles se obtienen mediante un método químico a partir de biomasa. Los biocombustibles son fáciles de mezclar con los combustibles que comúnmente conocemos como lo son la gasolina y el diésel. Existen diferentes tipos de biocombustibles líquidos como el bioalcohol, el biodiésel y el bioaceite. El bioalcohol puede ser biometanol, así como bioetanol. Se estima que estos biocombustibles satisfagan al menos una cuarta parte de la demanda energética mundial a mediados del siglo XX (Ganesan et al., 2020).

2.6.1. Clasificación

- **Biocombustibles de primera generación**

Entre los combustibles de primera generación los podemos encontrar de fase líquida y gaseosa. De las formas líquidas podemos encontrar el biodiésel, los bioéteres y el bioalcohol de este tipo de combustible. La biomasa de primera generación, son las semillas oleaginosas y los cultivos

comestibles, por ejemplo, almidón, caña de azúcar, grasas animales y palma. Las técnicas utilizadas para la generación de combustibles son la transesterificación, la descomposición anaeróbica, la fermentación y la pirólisis (Ganesan et al., 2020).

- **Biocombustibles de segunda generación**

Los combustibles de segunda generación son una alternativa más viable, esto debido a que la fuente de biomasa no es alimentaria. Generalmente la biomasa a partir de la cual se genera este tipo de biocombustible son subproductos de la industria, como lo puede ser la madera seca, los tallos de maíz y trigo. También lo pueden ser aceite usado de restaurantes, desechos animales y cultivos oleaginosos como de jojoba, jatropha y mango de mar (Ganesan et al., 2020).

2.6.2. Bioetanol

El bioetanol, es un biocombustible líquido cuya materia prima es la biomasa para uso primario en el sector de transporte (Ghadge et al., 2020). Generalmente el bioetanol es extraído de materiales renovables como plantas y árboles, que ahora se puede utilizar como un combustible alternativo para motores de combustión y se esta utilizando para mejorar la seguridad energética global (Casabar et al., 2020).

3. JUSTIFICACIÓN

En México existe una gran producción de residuos de cascaras de naranja, esto debido al sector industrial donde se realiza jugo de naranja. Este residuo en su mayoría no percibe un uso particular, simplemente se desecha.

A partir de él se podría obtener un producto de valor agregado, generalmente se le considera un como un problema. Se percibe solo como un residuo, cuando tiene el potencial de ser una materia prima para recuperar azúcares de ella sin contar los diferentes componentes que posee.

El presente trabajo plantea la recuperación de azúcares a partir de cáscaras de naranjas obtenidas de un sector donde se realice jugo de naranja, debido a la gran producción de naranjas en México y su uso en la realización de jugo de naranja.

Estos azúcares podrían ser utilizados para la obtención de bioetanol, el cual tiene una creciente demanda en su uso como biocombustible.

Si estos residuos son solamente eliminados, se desperdicia la oportunidad de generar un producto que se puede comercializar y obtener un beneficio de él. Al ser utilizados, se reduciría la cantidad de residuos que la industria juguera aporta al medio ambiente, siendo un punto importante de resaltar.

4. HIPÓTESIS

Mediante un proceso de extracción sólido-líquido es posible la recuperación de azúcares libres a partir de cáscaras de naranja, obtenidas como residuo de la extracción de jugo de naranja.

5. OBJETIVO GENERAL

Obtención de azúcares libres a partir de cáscaras de naranja mediante el método de extracción sólido-líquido.

6. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterización de la cáscara de naranja residual de un proceso de extracción de jugo de naranja.
- Realizar el proceso extracción sólido-líquido, variando la relación sólido-líquido y la temperatura.
- Realizar los balances de materia, para el proceso general y en cada etapa.

7. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

7.1. Recolección de cáscaras de naranja

Las cáscaras de naranja fueron recolectadas en el mes de marzo del año 2021, en un local que realiza jugo de naranja en Morelia Michoacán, estas se muestran en la Figura 11. Después fueron trasladadas al laboratorio beta ubicado en el edificio de posgrado de ingeniería química, colocándolas en un refrigerador a 11 °C.



Fig. 11. Cáscaras de naranja.

7.2. Caracterización de la cáscara de naranja

Porcentaje de humedad

Se trituro una pequeña cantidad de cáscara de naranja en porciones muy finas, se pesó y se colocó en un recipiente realizado con aluminio. Mas tarde se colocó en un horno a 80 °C por 24 horas, el procedimiento se muestra en las siguientes figuras (Figuras 12 y 13).



Fig. 12. Trozos de cáscara de naranja.



Fig. 13. Restos sólidos de cáscara de naranja después de perder su humedad.

El porcentaje de humedad se obtuvo utilizando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ humedad} = \frac{P_i - P_f}{P} \times 100$$

Donde:

$P_i = \text{Peso inicial de la muestra} + \text{Peso de la charola de aluminio}$

$P_f = \text{Peso final de la muestra} + \text{Peso de la charola de aluminio}$

$P = \text{Peso de la muestra}$

En la siguiente tabla (Tabla 2), se muestran los datos obtenidos de la prueba de humedad.

Tabla 2. Datos obtenidos de la prueba de humedad.

No. de muestra	Peso de la charola (g)	Peso de la muestra (g)	Peso de muestra + Peso de la charola (g)
1	0.7087	5.005	1.8797
2	0.7157	5.0071	2.0147

De acuerdo a los datos obtenidos de la Tabla 2, podemos resolver la ecuación del porcentaje de humedad para ambas muestras.

- Muestra No. 1

$$\% \text{ humedad} = \frac{5.7137 \text{ g} - 1.8797 \text{ g}}{5.005 \text{ g}} \times 100$$

$$\% \text{ humedad} = 76.6033 \%$$

- Muestra No. 2

$$\% \text{ humedad} = \frac{5.7228 \text{ g} - 2.0147 \text{ g}}{5.0071 \text{ g}} \times 100$$

$$\% \text{ humedad} = 74.0568 \%$$

Por lo que al realizar el promedio de ambas muestras tenemos que el porcentaje de humedad es de 75.33 %.

7.3. Extracción sólido-líquido a temperatura ambiente.

Se pesaron 500 g de cáscara de naranja con la cual se realizó una molienda con relación en peso 1:2 y 1:3 (sólido/agua destilada, P/P), en una licuadora marca Osterizer blender clásica de una velocidad, durante un tiempo de 1 a 3 minutos. El procedimiento descrito anteriormente se muestra en las siguientes figuras (Figuras 14 y 15).



Fig. 14. Procesamiento de la cáscara de naranja.



Fig. 15. Procesamiento de la cáscara de naranja.

Se procedió a centrifugar una porción de las muestras en relación en peso 1:2 y 1:3 (sólido/ agua destilada, P/P), a una velocidad de 4000 rpm por 5 minutos. La cantidad restante de las muestras fue conservada bajo congelación.

El procedimiento de centrifugación se muestra en las siguientes figuras (Figuras 16 y 17).



Fig. 16. Proceso de centrifugación.



Fig. 17. Proceso de centrifugación.

Después de la centrifugación las fases de las muestras fueron separadas por decantación. El líquido resultante se conservó en refrigeración, del cual se tomó una muestra para determinar concentraciones. El líquido se muestra en la siguiente figura (Figura 18).



Fig. 18. Líquido obtenido del centrifugado.

En la figura que se muestra a continuación podemos observar el diagrama de flujo del proceso de extracción a temperatura ambiente (Figura 19).

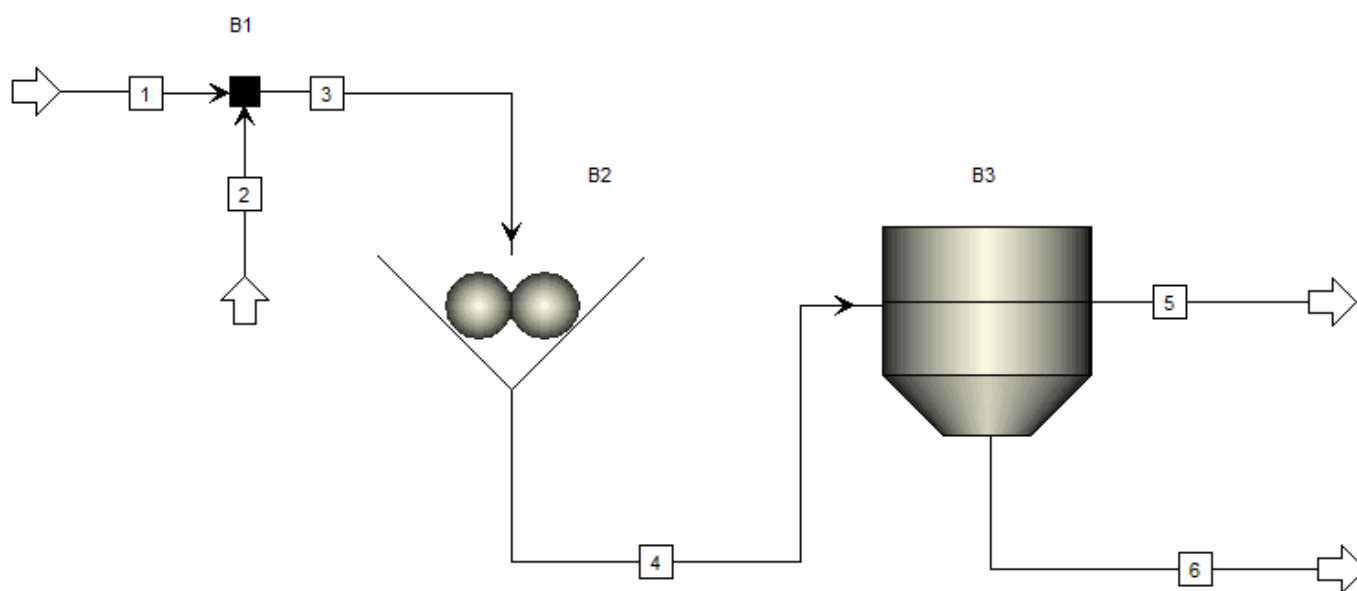


Fig. 19. Diagrama de flujo para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente.

Los equipos del proceso y el contenido de las corrientes se describen a en las siguientes tablas (Tablas 3 y 4):

Tabla 3. Indicador de equipos para la Figura 19.

B1	B2	B3
Mezclador	Molino	Centrifuga

Tabla 4. Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 19.

Corriente	1	2	3	4	5	6
Contenido de la corriente	Agua destilada	Cáscara de naranja	Mezcla de la corriente 1 y 2	Mezcla de la corriente 1 y 2	Sólidos húmedos	Líquidos

7.4. Extracción sólido-líquido a 80°C.

- El procedimiento fue realizado como en la sección 7.3.

Se pesaron 280 g para las muestras con relación en peso 1:2 y 1:3 (sólido/ agua destilada, P/P) en un vaso de precipitados de 1000 ml, y se colocó en una plancha de calentamiento hasta que se alcanzó una temperatura de 80° C. Para confirmar que la temperatura era constante se utilizó un termómetro de mercurio. El procedimiento descrito anteriormente se muestra en las figuras siguientes (Figuras 20 y 21).



Fig. 20. Cuantificación de la muestra.



Fig. 21. Incremento de temperatura en la muestra.

Cuando la muestra paso a fase sólido-líquido y se estabilizó la temperatura de la muestra a 80°C, se mantuvo la temperatura durante un periodo de tiempo de 30 minutos.

La muestra se dejó enfriar a temperatura ambiente, para después ser colocada en la centrifuga durante un tiempo de 10 minutos a una velocidad de 4000 rpm.

Después de la centrifugación las fases de las muestras fueron separadas por decantación. El sólido se colocó en una hoja de aluminio, se pesó y se colocó en un horno a 80 °C por 24 horas. El líquido resultante se conservó en refrigeración, del cual se tomó una muestra para determinar concentraciones. El sólido y el líquido se muestran en las siguientes figuras (Figuras 22, 23 y 24).



Fig. 22. Líquido resultante de la centrifugación.



Fig. 23. Restos sólidos de cáscara de naranja sin humedad para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/ agua destilada, P/P).



Fig. 24. Restos sólidos de cáscara de naranja sin humedad para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/ agua destilada, P/P).

En la siguiente figura podemos observar el diagrama de flujo del proceso de extracción a una temperatura de 80 °C (Figura 25).

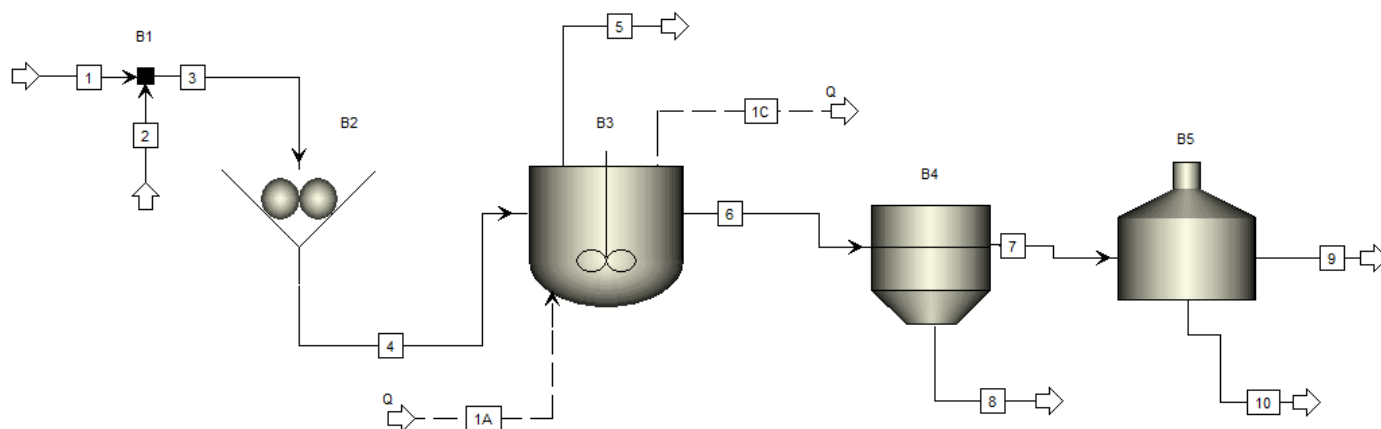


Fig. 25. Diagrama de flujo para la extracción sólido-líquido a 80 °C.

Los equipos del proceso y el contenido de las corrientes se describen en las tablas que se muestran a continuación (Tablas 5, 6 y 7):

Tabla 5. Indicador de equipos para la Figura 25.

B1	B2	B3	B4	B5
Mezclador	Molino	Tanque de agitación con calentamiento	Centrifuga	Horno

Tabla 6. Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 25.

Corriente	1	2	3	4	5	6
Contenido de la Corriente	Agua destilada	Cáscara de naranja	Mezcla de la corriente 1 y 2	Mezcla de la corriente 1 y 2	Vapor	Sólidos Húmedos

Tabla 7. Continuación de la Tabla 6.

Corriente	7	8	9	10
Contenido de la Corriente	Sólidos Húmedos	Líquidos	Sólidos Húmedos	Líquidos

7.5. Extracción sólido-líquido doble etapa a 80 °C.

El tratamiento de la biomasa fue secuencial como en la sección 7.4 y al finalizar la etapa de extracción con temperatura a 80 °C, se eliminó la humedad del sólido realizando un prensado mediante el uso de una tela. Los líquidos fueron recuperados para cuantificarlos por cromatografía.

El sólido resultante se mezcló con agua destilada en una relación en peso de 1:3 (sólido/agua destilada, P/P) para continuar con la segunda etapa de extracción de azúcares y se colocó en una plancha de calentamiento hasta que se alcanzó una temperatura de 80° C. Para confirmar que la temperatura era constante se utilizó un termómetro de mercurio.

Cuando la muestra paso a fase sólido-líquido y se estabilizó la temperatura de la muestra a 80°C, se mantuvo la temperatura durante un periodo de tiempo de 30 minutos. Después se dejó enfriar la muestra a temperatura ambiente y se colocó en la centrifuga durante un periodo de tiempo de 10 minutos a una velocidad de 4000 rpm.

Después de la centrifugación, las fases de las muestras fueron separadas por decantación. El líquido resultante se conservó en refrigeración, del cual se tomó una muestra para determinar concentraciones. Del sólido se extrajo los líquidos restantes realizando un prensado mediante el uso de una tela. Los líquidos fueron recuperados para cuantificarlos por cromatografía. Y el sólido se pesó y se colocó en una hoja de aluminio, después se colocó en un horno a 80 °C por 24 horas. El sólido resultante se muestra en la siguiente figura (Figura 26).



Fig. 26. Restos sólidos de cáscara de naranja sin humedad (relación en peso 1:3).

En la siguiente figura podemos observar el diagrama de flujo del proceso de extracción a una temperatura de 80 °C (Figura 27).

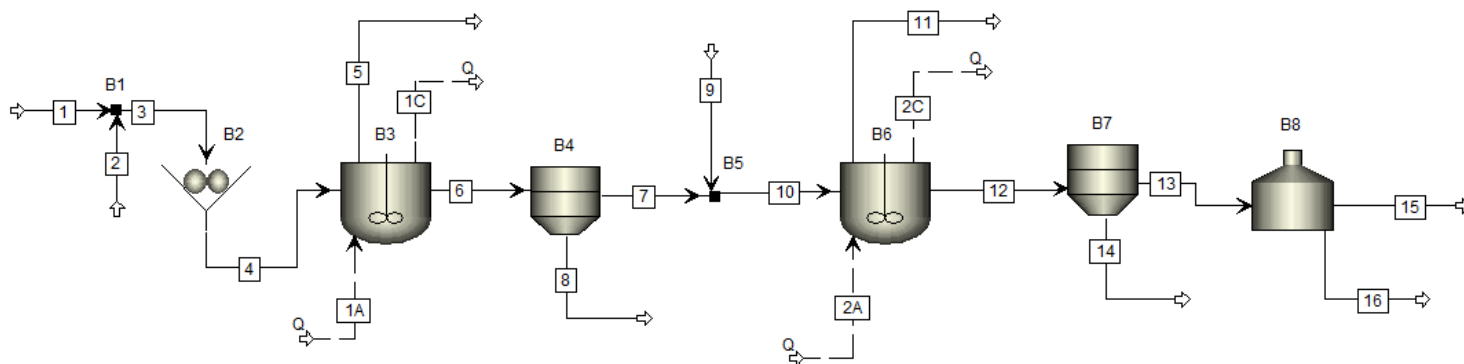


Fig. 27. Diagrama de flujo para la extracción sólido-líquido a 80 °C doble etapa.

Los equipos del proceso y el contenido de las corrientes se describen en las tablas que se muestran a continuación (Tablas 8, 9, 10, 11 y 12):

Tabla 8. Indicador de equipos para la Figura 27.

B1	B2	B3	B4	B5
Mezclador	Molino	Tanque de agitación con calentamiento	Centrifuga	Mezclador

Tabla 9. Continuación de la Tabla 8.

B6	B7	B8
Tanque de agitación con calentamiento	Centrifuga	Horno

Tabla 10. Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 27.

Corriente	1	2	3	4	5	6
Contenido de la Corriente	Agua destilada	Cáscara de naranja	Mezcla de la corriente 1 y 2	Mezcla de la corriente 1 y 2	Vapor	Sólidos Húmedos

Tabla 11. Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 27.

Corriente	7	8	9	10	11	12
Contenido de la Corriente	Sólidos Húmedos	Líquidos	Agua destilada	Sólidos Húmedos	Vapor	Sólidos Húmedos

Tabla 12. Indicador del contenido de las corrientes de la Figura 27.

Corriente	13	14	15	16
Contenido de la Corriente	Sólidos Húmedos	Líquidos	Sólidos secos	Líquidos

7.6. Métodos analíticos.

7.6.1. DNS

Se realizó un análisis de azúcares reductores con las muestras con relación en peso 1:2 (A) y 1:3 (B), por medio del método DNS (dinitrosalicílico). En donde primero se realizó una curva de calibración con concentraciones conocidas de glucosa en un intervalo de 0 a 2 g/l. Además, se realizó una dilución con las muestras A y B, siendo diluidas en 1:10 y 1:100. Se colocaron en la centrifuga cada una de las muestras para después tomar 500 μ l de cada una y se les añadió 500 μ l de reactivo DNS, el cual se preparó con anterioridad. La toma de muestras se puede observar en la siguiente figura (Figura 28).



Fig. 28. Toma de muestras.

Se agitaron en vórtex, para más tarde colocarlas en un baño de agua hirviendo con una duración de 5 minutos, para después dejarlas enfriar por un periodo de tiempo de 10 minutos en un baño de agua a temperatura ambiente. El cambio de coloración en las muestras se observa en la siguiente figura (Figura 29).



Fig. 29. Cambio de coloración.

Enseguida se agregaron 10 ml de agua destilada a cada una de las muestras, donde cada una de ellas fue agitada en vórtex. Después con un espectrofotómetro UV-Vis marca JENWAY modelo 7305, se midió la absorbancia de cada una de las muestras a 540 nm. La toma de absorbancia se muestra en la figura que se muestra a continuación (Figura 30).



Fig. 30. Toma de absorbancia en el espectrofotómetro.

7.6.2. Cromatografía de líquidos (HPLC)

Los azúcares contenidos en las muestras utilizadas para el efecto de temperatura, así como las muestras con relación en peso 1:2 y 1:3 (sólido/agua destilada, P/P) con las que se trabajó a temperatura ambiente, se analizaron mediante el método HPLC, utilizando un cromatógrafo de la marca Varian modelo ProStar 410 con un detector de infrarrojo modelo 350 y una columna Rezex-Organic Acid+ de 300 x 7.80 mm a 85 °C, se utilizó una solución de H₂SO₄ 0.5 mN como fase móvil a un flujo de 0.5 ml/minuto. Se tomó 2 ml de cada muestra, para más tarde diluirlas en 1:2, se agitaron en vórtex para después se centrifugaron por 6 minutos. Después se tomó 1 ml de cada una de las muestras y se pasaron por un filtro de 0.2 µm en viales para análisis por cromatografía. Además, se realizó una curva de calibración para identificar los diferentes azúcares que presentaban, los cuales son glucosa y fructosa.

8. RESULTADOS

8.1. Caracterización de la cáscara de naranja

8.1.1. Porcentaje de humedad

La humedad obtenida para las cáscaras de naranja recolectadas fue la siguiente:

$$\% \text{ humedad} = 75.33 \%$$

Los resultados obtenidos son cercanos a los esperados, puesto a que se estimaba una humedad de 79.1% para la cáscara de naranja de acuerdo a la tabla 1 mostrada en el presente documento (de la Torre et al., 2019). Lo que nos indica que las condiciones a las que fue extraído el jugo de la naranja cambiaron, así como los factores ambientales que afectan al crecimiento y composición de la naranja.

8.1.2. Porcentaje de sólido seco

El porcentaje que se obtiene al restar la cantidad de humedad de las cáscaras de naranja corresponde al de sólidos secos, este porcentaje es de 24.67 %. Dentro del contenido de los sólidos secos se encuentran los azúcares entre ellos la glucosa y fructosa.

$$\% \text{ sólido seco} = 24.67 \%$$

8.1.3. Porcentaje de azúcares libres

De acuerdo a la tabla 1 mostrada en el presente documento (de la Torre et al., 2019), se determina el porcentaje de azúcares libres.

Los gramos totales de sólido seco se determinan mediante una sumatoria de los datos presentados en la tabla 1, de la cual se obtiene:

$$g \text{ de sólido seco} = 100 \text{ g}$$

Además, se tiene que los gramos de azúcares libres son:

$$g \text{ de azúcares libres} = 50 \text{ g}$$

Por lo cual, procedemos a obtener el porcentaje de azúcares libres.

$$\% \text{ de azúcares libres} = \left(\frac{g \text{ de azúcares libres}}{g \text{ de sólido seco}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de azúcares libres} = \left(\frac{50 \text{ g}}{100 \text{ g}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de azúcares libres} = 50$$

8.2. Extracción sólido-líquido a temperatura ambiente

A. Muestra con relación en peso 1:2 (sólido/aqua destilada, P/P)

A continuación, se muestra el diagrama de proceso para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente para la muestra con relación en peso 1:2 (Figura 31).

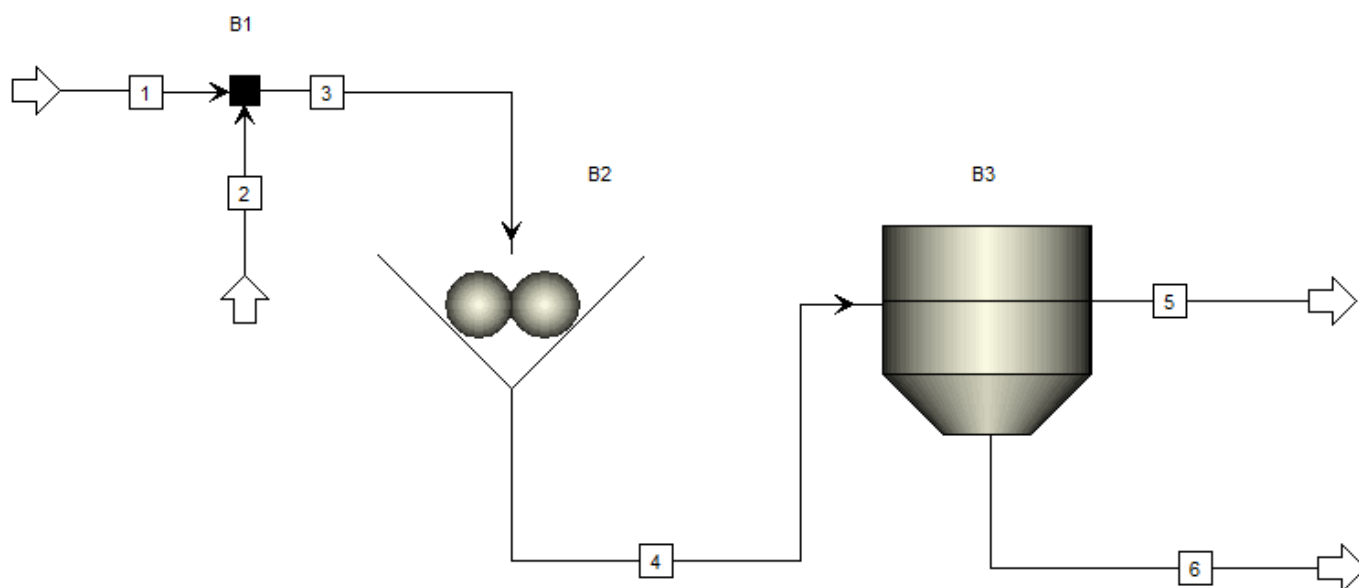


Fig. 31. Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a Ta para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/agua destilada, P/P).

Los distintos equipos que se muestran en el diagrama de proceso (Figura 31), se describen en la tabla siguiente (Tabla 13).

Tabla 13. Indicador de equipos para la Figura 31.

B1	B2	B3
Mezclador	Molino	Centrifuga

Los balances de materia correspondientes a la sección A, se muestran en las siguientes tablas (Tablas 14 y 15).

Tabla 14. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 31.

Corriente	1	2	3	4	5	6
Cáscara de naranja (g)	0	500	500	500	0	0
Agua destilada (g)	1000	0	1000	1000	0	0
Líquidos (g)	0	0	0	0	0	150
Sólidos húmedos (g)	0	0	0	0	246	0

Tabla 15. Contenido de azúcares en la corriente 5 de la Figura 31.

Contenido de azúcares (g)	Corriente 5
Glucosa	4.2828
Fructosa	1.0927
Azúcares Totales	5.3755

Azúcares extraídos

Se comienza por descomponer en cáscara de naranja y agua destilada, la cantidad de muestra diluida que fue utilizada en cada una de las pruebas.

Se utilizaron 280 g de muestra a los cuales le corresponde una tercera parte de cáscara de naranja debido a la relación en peso que fue empleada (1:2), siendo la parte restante de agua destilada. Por lo que tenemos:

$$g \text{ de cáscara de naranja} = (396) \left(\frac{1}{3} \right) = 132 \text{ g}$$

$$g \text{ de agua destilada} = 264 \text{ g}$$

Aplicando el porcentaje de humedad a los gramos de cáscara de naranja, la primera humedad que se aplicara fue obtenida de las cáscaras de naranjas utilizadas el proceso (1), además de la humedad dada por la literatura (2):

$$g \text{ de líquido} = (132 \text{ g}) \left(\frac{75.33}{100} \right) = 99.4356 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de líquido} = (132 \text{ g}) \left(\frac{79.1}{100} \right) = 104.412 \text{ g (2)}$$

Donde los gramos de sólidos son la parte restante a los gramos totales de cáscara de naranja.

$$g \text{ de sólidos} = 132 \text{ g} - 99.4356 \text{ g} = 32.564 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de sólidos} = 132 \text{ g} - 104.412 \text{ g} = 27.584 \text{ g (2)}$$

De acuerdo a la literatura la mitad de estos gramos de sólido corresponden a los gramos de azúcares libres, siendo una cantidad de **16.282 g** para el cálculo en donde se empleó la humedad del proceso y **13.792 g** para el cálculo realizado con la humedad de la literatura (Tsouko et al., 2020).

Por lo que los gramos teóricos de azúcares del proceso, tanto de glucosa como de fructosa son:

$$g_{teóricos} = 16.282$$

De la tabla 15 obtenemos los gramos de azúcares reales.

$$g_{reales} = 5.3755$$

A partir de la siguiente fórmula procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso.

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{reales}}{g_{teóricos}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{5.3755}{16.282} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \mathbf{33.0149 \%}$$

B. Muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P)

A continuación, se muestra el diagrama de proceso para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente para la muestra con relación en peso 1:3 (Figura 32).

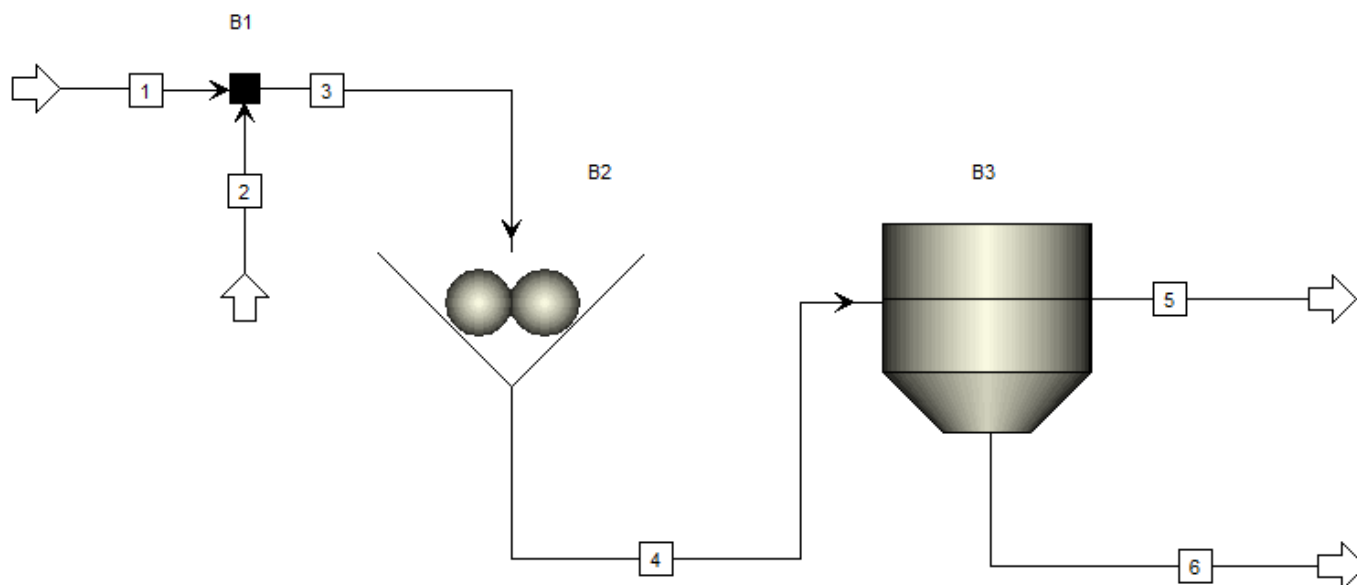


Fig. 32. Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a Ta para la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).

Los distintos equipos que se muestran en el diagrama de proceso (Figura 32), se describen en la tabla siguiente (Tabla 16).

Tabla 16. Indicador de equipos para la Figura 32.

B1	B2	B5
Mezclador	Molino	Centrifuga

Los balances de materia correspondientes a la sección B, se muestran en las siguientes tablas (Tablas 17 y 18).

Tabla 17. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 32.

Corriente	1	2	3	4	5	6
Cáscara de naranja (g)	0	500	500	500	0	0
Agua destilada (g)	1500	0	1500	1500	0	0
Líquidos (g)	0	0	0	0	0	185
Sólidos húmedos (g)	0	0	0	0	216	0

Tabla 18. Contenido de azúcares en la corriente 5 de la Figura 31.

Contenido de azúcares (g)	Corriente 5
Glucosa	4.5791
Fructosa	1.1658
Azúcares totales	5.7449

Azúcares extraídos

Se comienza por descomponer en cáscara de naranja y agua destilada, la cantidad de muestra diluida que fue utilizada en cada una de las pruebas, de manera que tenemos:

Se utilizaron 280 g de muestra a los cuales le corresponde una cuarta parte de cáscara de naranja debido a la relación en peso que fue empleada (1:3), siendo la parte restante de agua destilada. Por lo que tenemos:

$$g \text{ de cáscara de naranja} = (401) \left(\frac{1}{4} \right) = 100.25 \text{ g}$$

$$g \text{ de agua destilada} = 300.75 \text{ g}$$

Aplicando el porcentaje de humedad a los gramos de cáscara de naranja, la primera humedad que se aplicara fue obtenida de las cáscaras de naranjas utilizadas el proceso (1), además de la humedad dada por la literatura (2):

$$g \text{ de líquido} = (100.25 \text{ g}) \left(\frac{75.33}{100} \right) = 75.5183 \text{ g} \quad (1)$$

$$g \text{ de líquido} = (100.25 \text{ g}) \left(\frac{79.1}{100} \right) = 79.2977 \text{ g} \quad (2)$$

Donde los gramos de sólidos son la parte restante a los gramos totales de cáscara de naranja.

$$g \text{ de sólidos} = 100.25 \text{ g} - 75.5183 \text{ g} = 24.7317 \text{ g} \quad (1)$$

$$g \text{ de sólidos} = 100.25 \text{ g} - 79.2977 \text{ g} = 20.9523 \text{ g} \quad (2)$$

De acuerdo a la literatura la mitad de estos gramos de sólido corresponden a los gramos de azúcares libres, siendo una cantidad de **12.3658 g** para el cálculo en donde se empleó la humedad del proceso y **10.4761 g** para el cálculo realizado con la humedad de la literatura (Tsouko et al., 2020).

Por lo que los gramos teóricos de azúcares del proceso, tanto de glucosa como de fructosa son:

$$g_{\text{teóricos}} = 12.3658$$

De la tabla 18 obtenemos los gramos de azúcares reales.

$$g_{\text{reales}} = 5.7449$$

A partir de la siguiente fórmula procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso.

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{\text{reales}}}{g_{\text{teóricos}}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{5.7449}{12.3658} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \mathbf{46.4579 \%}$$

En la siguiente tabla (Tabla 19), se muestran los gramos de azúcares totales, así como el porcentaje de extracción en las muestras con relación en peso de 1:2 y 1:3 (sólido/agua destilada, P/P) a temperatura ambiente, de acuerdo al análisis cromatográfico realizado.

Tabla 19. Concentración de azúcares determinados por cromatografía de líquidos (HPLC), para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente (T_a), partiendo de 500 g de cáscaras de naranja.

Muestra	Glucosa (g/l)	Glucosa (g)	Fructosa (g/l)	Fructosa (g)	Azúcares totales (g)	% de extracción
1:2 T_a	28.552	4.2828	7.2748	1.0912	5.374	33.0149
1:3 T_a	24.7522	4.5791	6.3017	1.1658	5.7449	46.4579

En donde podemos observar principalmente la diferencia en el porcentaje de extracción, se tiene una mayor extracción de azúcares en la muestra con relación 1:3 en peso (sólido/agua destilada, P/P), puesto a que se tienen **5.7449** gramos de azúcares y un **46.4579 %** de extracción de azúcares, a comparación de la muestra con relación 1:2 en peso, ya que esta tiene **5.374** gramos de azúcares totales y un **33.0149 %** de extracción de azúcares.

Además, se debe observar que se tiene una mayor cantidad de azúcares, debido a que existe una mayor extracción de azúcares en la muestra, esto debido a que aumento la cantidad de agua destilada que fue agregada.

Debido a que se sabe que la solubilización del soluto a una mayor temperatura aumenta, se procederá a utilizar una temperatura de 80 °C, para las muestras con relación 1:2 y 1:3 en peso (sólido/agua destilada, P/P).

8.3. Extracción sólido-líquido a 80 °C.

A. Muestra con relación en peso 1:2 (sólido/agua destilada, P/P)

A continuación, se muestra el diagrama de proceso para la extracción sólido-líquido a 80 °C para la muestra con relación en peso 1:2 (Figura 33).

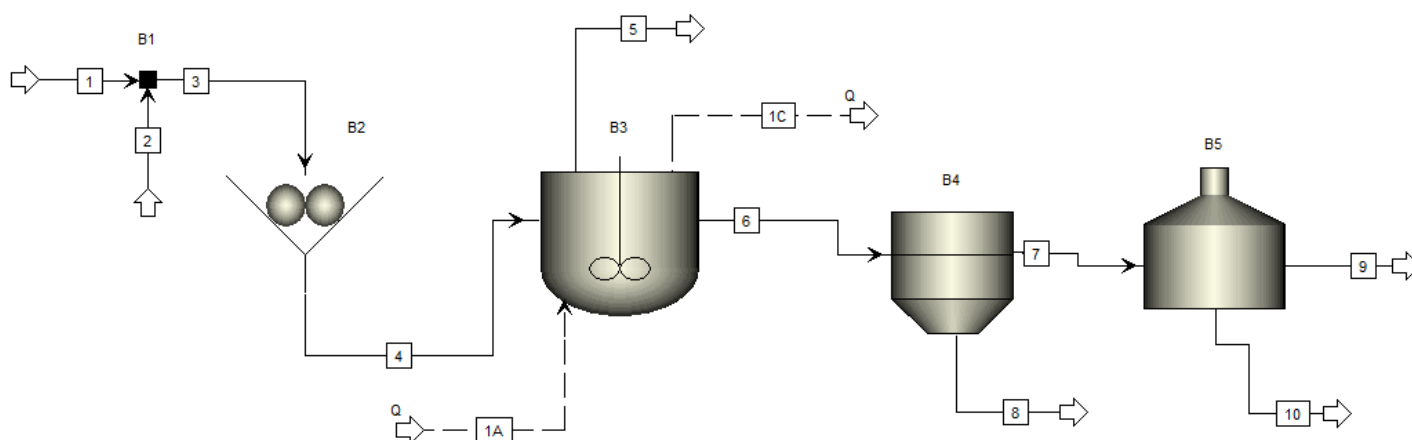


Fig. 33. Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a T_{80} para la muestra con relación en peso 1:2 (sólido/agua destilada, P/P).

Los distintos equipos que se muestran en el diagrama de proceso (Figura 33), se describen en la tabla siguiente (Tabla 20).

Tabla 20. Indicador de equipos para la Figura 33.

B1	B2	B3	B4	B5
Mezclador	Molino	Tanque de agitación con calentamiento	Centrifuga	Horno

Los balances de materia correspondientes a la sección A, se muestran en las siguientes tablas (Tablas 21 y 22).

Tabla 21. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 32.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Cáscara de naranja (g)	0	93.3333	93.3333	93.3333	0	0	0	0	0	0
Agua destilada (g)	186.668	0	186.668	186.668	0	0	0	0	0	0
Vapor (g)	0	0	0	0	180	0	0	0	0	0
Líquidos (g)	0	0	0	0	0	0	0	48	0	32
Sólidos húmedos (g)	0	0	0	0	0	100	52	0	0	0
Sólidos secos (g)	0	0	0	0	0	0	0	0	20	0
T (°C)	26	26	26	26	-	80	-	-	-	-

Tabla 22. Contenido de azúcares en la corriente 7 de la Figura 31.

Contenido de azúcares (g)	Corriente 8
Glucosa	3.1188
Fructosa	0.8873
Azúcares totales	4.0061

Azúcares extraídos

Se utilizaron 280 g de muestra a los cuales le corresponde una tercera parte de cáscara de naranja debido a la relación en peso que fue empleada (1:2), siendo la parte restante de agua destilada. Por lo que tenemos:

$$g \text{ de cáscara de naranja} = (280) \left(\frac{1}{3} \right) = 93.3333 \text{ g}$$

$$g \text{ de agua destilada} = 186.668 \text{ g}$$

Aplicando el porcentaje de humedad a los gramos de cáscara de naranja, la primera humedad que se aplicara fue obtenida de las cáscaras de naranjas utilizadas el proceso (1), además de la humedad dada por la literatura (2):

$$g \text{ de líquido} = (93.3333 \text{ g}) \left(\frac{75.33}{100} \right) = 70.3079 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de líquido} = (93.3333 \text{ g}) \left(\frac{79.1}{100} \right) = 73.827 \text{ g (2)}$$

Donde los gramos de sólidos son la parte restante a los gramos totales de cáscara de naranja.

$$g \text{ de sólidos} = 93.3333 \text{ g} - 70.3079 \text{ g} = 23.0254 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de sólidos} = 93.3333 \text{ g} - 73.827 \text{ g} = 19.5063 \text{ g (2)}$$

De acuerdo a la literatura la mitad de estos gramos de sólido corresponden a los gramos de azúcares libres, siendo una cantidad de **11.5127g** para el cálculo en donde se empleó la humedad del proceso y **9.7531 g** para el cálculo realizado con la humedad de la literatura (Tsouko et al., 2020).

Por lo que los gramos teóricos de azúcares del proceso, tanto de glucosa como de fructosa son:

$$g_{\text{teóricos}} = 11.5127$$

De la tabla 22 obtenemos los gramos de azúcares reales.

$$g_{\text{reales}} = 4.0061$$

A partir de la siguiente fórmula procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso.

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{\text{reales}}}{g_{\text{teóricos}}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{4.0061}{11.5127} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = 34.7972 \%$$

B. Muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P)

A continuación, se muestra el diagrama de proceso para la extracción sólido-líquido a temperatura ambiente para la muestra con relación en peso 1:3 (Figura 34).

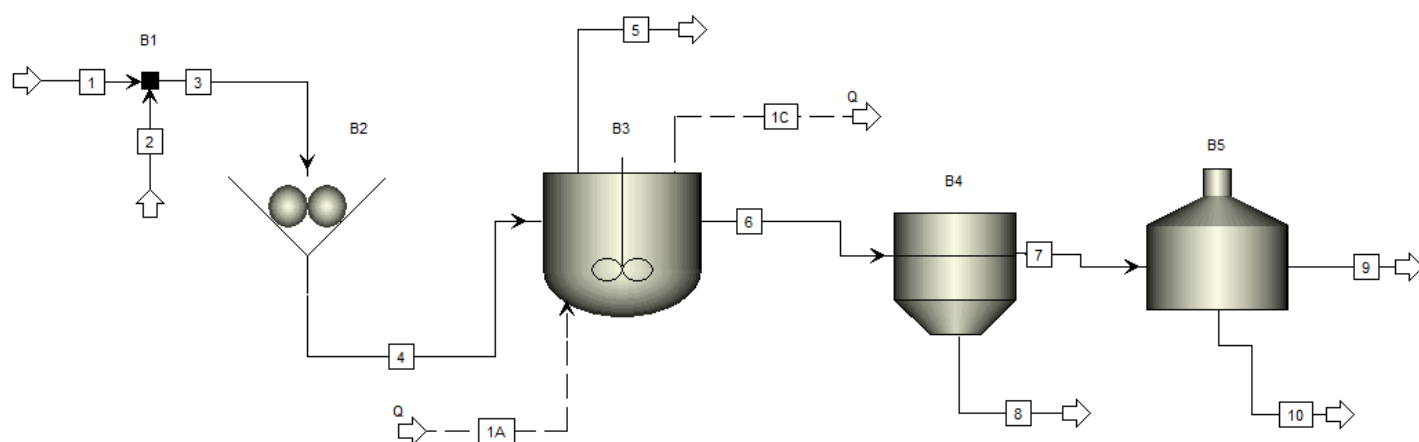


Fig. 34. Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido a T_{80} para la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).

Los distintos equipos que se muestran en el diagrama de proceso (Figura 34), se describen en la tabla siguiente (Tabla 23).

Tabla 23. Indicador de equipos para la Figura 34.

B1	B2	B3	B4	B5
Mezclador	Molino	Tanque de agitación con calentamiento	Centrifuga	Horno

Los balances de materia correspondientes a la sección B, se muestran en las siguientes tablas (Tablas 24 y 25).

Tabla 24. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 32.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Cáscara de naranja (g)	0	70	70	70	0	0	0	0	0	0
Agua destilada (g)	210	0	210	210	0	0	0	0	0	0
Vapor (g)	0	0	0	0	70	0	0	0	0	0
Líquidos (g)	0	0	0	0	0	0	0	148	0	46
Sólidos húmedos (g)	0	0	0	0	0	210	62	0	0	0
Sólidos secos (g)	0	0	0	0	0	0	0	0	16	0
T (°C)	26	26	26	26	-	80	-	-	-	-

Tabla 25. Contenido de azúcares en la corriente 7 de la Figura 31.

Contenido de azúcares (g)	Corriente 8
Glucosa	4.1836
Fructosa	1.1743
Azúcares totales	5.3579

Azúcares extraídos

Se utilizaron 280 g de muestra a los cuales le corresponde una cuarta parte de cáscara de naranja debido a la relación en peso que fue empleada (1:3), siendo la parte restante de agua destilada. Por lo que tenemos:

$$g \text{ de cáscara de naranja} = (280) \left(\frac{1}{4} \right) = 70 \text{ g}$$

$$g \text{ de agua destilada} = 210 \text{ g}$$

Aplicando el porcentaje de humedad a los gramos de cáscara de naranja, la primera humedad que se aplicara fue obtenida de las cáscaras de naranjas utilizadas el proceso (1), además de la humedad dada por la literatura (2):

$$g \text{ de líquido} = (70 \text{ g}) \left(\frac{75.33}{100} \right) = 52.731 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de líquido} = (70 \text{ g}) \left(\frac{79.1}{100} \right) = 55.37 \text{ g (2)}$$

Donde los gramos de sólidos son la parte restante a los gramos totales de cáscara de naranja.

$$g \text{ de sólidos} = 70 \text{ g} - 52.731 \text{ g} = 17.269 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de sólidos} = 70 \text{ g} - 55.37 \text{ g} = 14.63 \text{ g (2)}$$

De acuerdo a lo literatura la mitad de estos gramos de sólido corresponden a los gramos de azúcares libres, siendo una cantidad de **8.6345 g** para el cálculo con la humedad del del proceso y **7.315 g** para el cálculo realizado con la humedad de la literatura (Tsouko et al., 2020).

Por lo que los gramos teóricos de azúcares del proceso, tanto de glucosa como de fructosa son:

$$g_{teóricos} = 8.6345$$

De la tabla 25 obtenemos los gramos de azúcares reales.

$$g_{reales} = 5.3579$$

A partir de la siguiente fórmula procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso.

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{reales}}{g_{teóricos}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{5.3579}{8.6345} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \mathbf{62.0522 \%}$$

En la tabla que se muestra a continuación (Tabla 26), se observa la concentración de azúcares para la extracción sólido-líquido a una temperatura de 80 °C, tanto para la muestra con relación en peso de 1:2 y 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).

Tabla 26. Concentración de azúcares determinados por cromatografía de líquidos (HPLC), para la extracción sólido-líquido a una temperatura de 80°C considerando 93.3333 y 70 g de cáscaras de naranja respectivamente.

Muestra	Glucosa (g/l)	Glucosa (g)	Fructosa (g/l)	Fructosa (g)	Azúcares Totales (g)	% de extracción
1:2 T _{80°C}	34.6540	3.1188	9.859	0.8873	4.0061	34.7972
1:3 T _{80°C}	30.5379	4.1836	8.5717	1.1743	5.3579	62.0522

Al observar los resultados obtenidos después de incrementar la temperatura en las muestras, podemos observar que en la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P), se tiene un mayor porcentaje de extracción siendo de **62.0522** en comparación con la muestra 1:2 (sólido/agua destilada, P/P) la cual tiene un porcentaje de extracción de **34.7972**.

Además, al incrementar la temperatura se obtuvo una mayor extracción de azúcares, puesto que a que la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P) a temperatura ambiente presentaba un porcentaje de **46.4579**, y con una temperatura de 80 °C muestra una diferencia de **15.5943%**.

Por lo que se da lugar al uso preferente de la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P), realizando una etapa más de recuperación de azúcares.

8.4. Extracción sólido-líquido a 80 °C doble etapa

A continuación, se muestra el diagrama de proceso para la extracción sólido-líquido a 80 °C doble etapa (Figura 35).

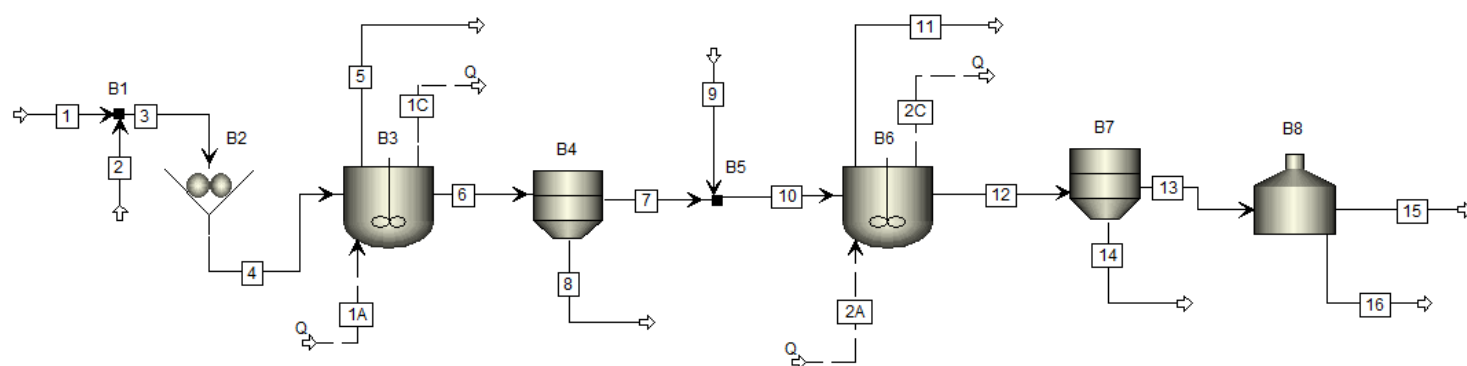


Fig. 35. Diagrama del proceso de extracción sólido-líquido doble etapa a 80 °C para la muestra con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).

Los distintos equipos que se muestran en el diagrama de proceso (Figura 35), se describen en las tablas siguientes (Tablas 27 y 28).

Tabla 27. Indicador de equipos para la Figura 35.

B1	B2	B3	B4	B5
Mezclador	Molino	Tanque de agitación con calentamiento	Centrifuga	Mezclador

Tabla 28. Continuación de la Tabla 20.

B6	B7	B8
Reactor CSTR con agitador	Centrifuga	Horno

Los balances de materia correspondientes a la sección 8.4, se muestran en las siguientes tablas (Tablas 29 a 32).

Tabla 29. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 35.

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Cáscara de naranja (g)	0	73.25	73.25	73.25	0	0	0	0	0	0
Agua destilada (g)	219.75	0	219.75	219.75	0	0	0	0	106.5	0
Vapor (g)	0	0	0	0	78	0	0	0	0	0
Líquidos (g)	0	0	0	0	0	0	0	144	0	0
Sólidos húmedos (g)	0	0	0	0	0	215	71	0	0	177.5
Sólidos secos (g)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
T (°C)	26	26	26	26	-	80	-	-	-	-

Tabla 30. Indicador de contenido de las corrientes para la Figura 35.

Corriente	11	12	13	14	15	16
Cáscara de naranja (g)	0	0	0	0	0	0
Agua destilada (g)	0	0	0	0	0	0
Vapor (g)	56.5	0	0	0	0	0
Líquidos (g)	0	0	0	55	0	52
Sólidos húmedos (g)	0	121	66	0	0	0
Sólidos secos (g)	0	0	0	0	14	0
T (°C)	-	80	-	-	-	-

Tabla 31. Contenido de azúcares en la corriente 8 de la Figura 31.

Contenido de azúcares (g)	Corriente 8
Glucosa	4.3448
Fructosa	2.4465
Azúcares totales	6.7913

Tabla 32. Contenido de azúcares en la corriente 12 de la Figura 31.

Contenido de azúcares (g)	Corriente 8
Glucosa	0.7896
Fructosa	0.4453
Azúcares totales	1.2349

Azúcares extraídos

A. Primera etapa de extracción sólido-líquido a 80° con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).

En esta prueba se utilizaron 293 g de muestra de los cuales le corresponde una cuarta parte de cáscara de naranja debido a la relación en peso que fue empleada (1:3), siendo la parte restante de agua destilada. Por lo que tenemos:

$$g \text{ de cáscara de naranja} = (293) \left(\frac{1}{4} \right) = 73.25 \text{ g}$$

$$g \text{ de agua destilada} = 219.75 \text{ g}$$

Aplicando el porcentaje de humedad a los gramos de cáscara de naranja,

$$g \text{ de líquido} = (73.25 \text{ g}) \left(\frac{75.33}{100} \right) = 55.1792 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de líquido} = (73.25 \text{ g}) \left(\frac{79.1}{100} \right) = 57.9407 \text{ g (2)}$$

Donde los gramos de sólidos son la parte restante a los gramos totales de cáscara de naranja.

$$g \text{ de sólidos} = 73.25 \text{ g} - 55.1792 \text{ g} = 18.0708 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de sólidos} = 73.25 \text{ g} - 57.3093 \text{ g} = 15.3093 \text{ g (2)}$$

De acuerdo a lo literatura la mitad de estos gramos de sólido corresponden a los gramos de azúcares libres, siendo una cantidad de **9.0354 g** obtenidos mediante el cálculo realizado con la

humedad de las cáscaras de naranja del proceso; y **7.6554 g** obtenidos con un cálculo realizado con la humedad observada en la literatura (Tsouko et al., 2020).

Por lo que los gramos teóricos de azúcares del proceso, tanto de glucosa como de fructosa son:

$$g_{teóricos} = 9.0354$$

De la tabla 31 obtenemos los gramos de azúcares reales.

$$g_{reales} = 6.7913$$

A partir de la siguiente fórmula procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso.

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{reales}}{g_{teóricos}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{6.7913}{9.0354} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \mathbf{75.1632 \%}$$

B. Segunda etapa de extracción sólido-líquido a 80° con relación en peso 1:3 (sólido/agua destilada, P/P).

Se utilizaron 71 g de muestra con relación 1:3 (sólido/agua destilada, P/P), de los cuales le corresponde una cuarta parte de cáscara de naranja debido a la relación en peso que fue empleada (1:3), siendo la parte restante de agua destilada. Por lo que tenemos:

$$g \text{ de cáscara de naranja} = (71) \left(\frac{1}{4} \right) = 17.75 \text{ g}$$

$$g \text{ de agua destilada} = 53.25 \text{ g}$$

Sin embargo, a la muestra se le adiciono 106.5 g más de agua destilada. Por lo que el agua destilada total es de:

$$g \text{ de agua destilada}_{Total} = 159.75 \text{ g}$$

Aplicando el porcentaje de humedad a los gramos de cáscara de naranja,

$$g \text{ de líquido} = (17.75 \text{ g}) \left(\frac{75.33}{100} \right) = 13.371 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de líquido} = (17.75 \text{ g}) \left(\frac{79.1}{100} \right) = 14.0402 \text{ g (2)}$$

Donde los gramos de sólidos son la parte restante a los gramos totales de cáscara de naranja.

$$g \text{ de sólidos} = 17.75 \text{ g} - 13.371 \text{ g} = 4.379 \text{ g (1)}$$

$$g \text{ de sólidos} = 17.75 \text{ g} - 14.0402 \text{ g} = 3.7098 \text{ g (2)}$$

De acuerdo a la literatura la mitad de estos gramos de sólido corresponden a los gramos de azúcares libres, siendo una cantidad de **2.1895 g** obtenidos mediante el cálculo realizado con la humedad de las cáscaras de naranja del proceso; y **1.8549 g** obtenidos con un cálculo realizado con la humedad observada en la literatura (Tsouko et al., 2020).

Por lo que los gramos teóricos de azúcares del proceso, tanto de glucosa como de fructosa son:

$$g_{teóricos} = 2.1895$$

De la tabla 32 obtenemos los gramos de azúcares reales.

$$g_{reales} = 1.2349$$

A partir de la siguiente fórmula procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso.

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{reales}}{g_{teóricos}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{1.2349}{2.1895} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \mathbf{56.401 \%}$$

→ Porcentaje total de la extracción sólido-líquido doble etapa a 80°C

A partir de los gramos de azúcares totales mostrados en las Tablas 31 y 32, se determinará el porcentaje total de la extracción sólido-líquido.

$$g \text{ totales de azúcares} = 6.7913 \text{ g} + 1.2349 \text{ g}$$

$$g \text{ totales de azúcares} = \mathbf{8.0262 \text{ g}}$$

Por lo que procedemos a calcular el porcentaje de extracción del proceso,

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{g_{\text{reales}}}{g_{\text{teóricos}}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \left(\frac{8.0262 \text{ g}}{9.0354 \text{ g}} \right) \times 100$$

$$\% \text{ de extracción} = \mathbf{88.8305 \%}$$

En la tabla que se muestra a continuación se comparan los porcentajes de extracción del proceso (Tabla 33). Obteniendo un porcentaje de extracción de **88.8 %**, donde se observa un rendimiento de gran relevancia para el presente proceso de obtención de azúcares libres.

Tabla 33. Concentración de azúcares determinados por cromatografía de líquidos (HPLC), para la extracción sólido-líquido doble etapa a 80°C considerando 73.25 g de cáscaras de naranja¹

Muestra	Glucosa (g/l)	Glucosa (g)	Fructosa (g/l)	Fructosa (g)	Azúcares totales (g)	% de extracción
1:3 T ₈₀ °C	30.1725	4.3448	16.9901	2.4465	6.7913	75.1632
1:3 T ₈₀ °C	14.3573	0.7896	8.0978	0.4453	1.2349	56.401
Total		5.1344		2.8918	8.0262	88.8305

¹ Donde el porcentaje de extracción total es calculado a partir de los azúcares que fueron extraídos en la primera y segunda etapa.

En la siguiente tabla (Tabla 34) se resumen los porcentajes de extracción para cada una de las extracciones sólido-líquido realizadas.

Tabla 34. Resumen de porcentajes de extracción de azúcares para cada extracción sólido-líquido.

Muestra	% de extracción
1:2 T _a	33.0149
1:3 T _a	46.4579
1:2 T _{80 °C}	34.7972
1:3 T _{80 °C}	62.0522
1:3 T _{80 °C} (doble etapa)	88.8305

En la tabla anterior (Tabla 34), se observa el incremento de extracción de azúcares conforme se incrementa la temperatura y se agrega una etapa más de extracción. De tal manera que se llega a una extracción de **88.8305 %** de azúcares (glucosa y fructosa), un porcentaje significativo puesto que es muy cercano a la cantidad de azúcares teóricos.

CONCLUSIONES

La relación sólido:agua destilada que extrajo mayor cantidad de azúcares totales (glucosa y fructosa), fue la relación en peso 1:3, que extrajo **31.05 g/l** de azúcares con rendimiento de **46.45 %**.

Se demostró que, incrementando la temperatura de extracción a 80 °C, el rendimiento en la extracción de azúcares fue de **62.05 %**, recuperándose **39.1 g/l** de azúcares totales.

Empleando dos etapas de extracción se logró incrementar el porcentaje de azúcares extraídos hasta en **88.83 %** empleando la relación 1:3, con 30 min de extracción en cada etapa. Alcanzándose **69.62 g/l** de azúcares.

RECOMENDACIONES

Con la perspectiva de dar seguimiento al proyecto se prevén las siguientes proposiciones:

- ✓ Realizar un estudio económico respecto a los costos de la investigación realizada.
- ✓ Hacer un estudio de mercado para ver que tan factible es su venta y su uso en un posible subproducto.
- ✓ Realizar una investigación a profundidad de un escalamiento a nivel piloto y a su vez un escalamiento industrial.
- ✓ Obtener un estudio económico de los costos requeridos para un escalamiento a nivel piloto, así como un escalamiento industrial del proceso investigado.

BIBLIOGRAFÍA

- Alañón, M. E., Ruiz-Matute, A. I., Martínez-Castro, I., Díaz-Maroto, M. C., Pérez-Coello, M. S. (2009). Optimisation of pressurised liquid extraction for the determination of monosaccharides and polyalcohols in woods used in wine aging. *J. Agric. Res.* 89. 2558-2564.
- Carabias-Martínez, R., Rodríguez-Gonzalo, E., Revilla-Ruiz, P., Hernández-Méndez, J. (2005). Pressurized liquid extraction in the analysis of food and biological samples. *J. Chromatogr. A.* 1089. 1-17.
- Cardona, C. A., Sánchez, O. J., Gutiérrez, L. F. (2009). *Process Synthesis for fuel ethanol production* (1^a ed.). Florida, USA: CRC Press.
- Casabar, J. T., Ramaraj, R., Tipnee, S., Unpaprom, Y. (2020). Enhancement of hydrolysis with *Trichoderma harzianum* for bioethanol production of sonicated pineapple fruit peel. *Fuel.* 279. 118437.
- Cypriano, D., Lopes, C., Tasic, L. (2018). High value-added products from the orange waste. *Waste Manage.* 79. 71-78.
- Dahmoune, B., Houma-Bachari, F., Chibane, M., Akroure-Aissou, C., Guégan, J. P., Vives, T., Jéhan, P., Dahmoune, F., Mouni, L., Ferrières, V., Hauchard, D. (2021). Microwave assisted extraction of bioactive saponins from the starfish *Echinaster sepositus*: Optimization by response surface methodology and comparison with ultrasound and conventional solvent extraction. *Chem. Eng. Process.* 163. 108359.
- de la Torre, I., Martín-Dominguez, V., Acedos, M. G., Esteban, J., Santos, V. E., Ladero, M. (2019). Utilisation/upgrading of orange peel waste from a biological biorefinery perspective. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 103. 5975-5991.
- Ganesan, R., Manigandan, S., Samuel, M. S., Shanmuganathan, R., Brindhadevi, K., Lan, N. T., Duc, P. A., Pugazhendhi, A. (2020). A review on prospective production of biofuel from microalgae. *Biotechnol. Rep.* e00509.
- Gaur, A., Tiwari, S., Kumar, C., Maiti, P. (2020). Bio-waste orange peel and polymer hybrid for efficient energy harvesting. *Energy Rep.* 6. 490-496.

- Ghadge, A., van der Werf, S., Er Kara, M., Goswami, M., Kumar, P., Bourlakis, M. (2020). Modelling the impact of climate change risk on bioethanol supply chains. *Technol. Forecasting Social Change*. 160. 120227.
- Hun, J., Young, H., Kweon, S., Chun, Y., Ryeol, K., Bamkeeree, W., Lotrakul, P., Punnapayak, H., Prasongsuk, S., Wook, S. (2020). Significant impact of casein hydrolysate to overcome the low consumption of glycerol by *Kebsiella aerogenes* ATCC 29007 and its application to bioethanol production. *Energy Convers. Manage.* 221. 113181.
- Ibarz, A., Barbosa-Cánovas, G. V. (2005). *Operaciones unitarias en la ingeniería de alimentos*. México: Mundi-Prensa.
- McKee, T., McKee, J. R. (2020). *Bioquímica. Las bases moleculares de la vida* (7ª ed.). Ciudad de México, México: McGraw-Hill.
- McMurry, J. (2008). *Química orgánica* (7ª ed.). México: CENGAGE LEARNING.
- Ortiz-Sanchez, M., Solarte-Toro, J. C., González-Aguirre, J. A., Peltonen, K. E., Richard, P., Cardona-Alzate, C. A. (2020). Pre-feasibility analysis of the production of micic from Orange Peel Waste under the biorefinery concept. *Biochem. Eng. J.* 107680.
- Saval, S. (2012). Aprovechamiento de residuos Agroindustriales: Pasado, Presente y Futuro. *Sociedad Mexicana de Biotecnología y Bioingeniería A.C.* 16:2. 14-46.
- Seader, J. D., Henley, E. J., Roper, D. K. (1998). *Separation process principles with applications using process simulators* (4ª ed). USA: John Wiley & Sons.
- Siles, J. A., Li, Q., Thompson, I. P. (2010). Biorefinery of waste orange peel. *Crit. Rev. Biotechnol.* 30:1. 63-69.
- Siles, J. A., Vargas, F., Gutiérrez, A. F., Martín, M. A. (2016). Integral valorisation of waste orange peel using combustion, biomethanisation and co-composting technologies. *Bioresour. Technol.* 211. 173-182.
- Treybal, R. E. (1980). *Operaciones de tranferencia de masa* (2ª ed). Madrid: McGRAW-HILL.

Tsouko, E., Maina, S., Ladakis, D., Kookos, L. K., Koutinas, A. (2020). Integrated biorefinery development for the extraction of value-added components and bacterial cellulose production from orange peel waste streams. *Renew. Energ.* 160. 944-954.

Wang, L., Hu, H., Yuan, F., Pan, Q., Fan, R., Gao, Y. (2015). Physicochemical characterization of five types of citrus dietary fibers. *Biocatal. Agric. Biotechnol.* 4. 250-258.

Información obtenida de *Gobierno de México*. (16 de mayo de 2021). Servicio de información agroalimentaria y pesquera. <https://www.gob.mx/siap>

Información obtenida de *Gobierno de México*. (22 de marzo de 2021). Agricultura. <https://www.gob.mx/agricultura>

Información obtenida de *Información y Servicios del Departamento de Agricultura de los Estados Unidos*. (15 de abril de 2020). Gobierno. <https://www.usda.gov>

Información obtenida de *Organización de las Naciones unidas para la Alimentación y la Agricultura*. (8 de marzo de 2021). <https://www.fao.org>