Hidratación y solubilización mecánica en la extracción de hidrocoloides de las hojas de malva sylvestris.

Hydration and mechanical solubilization in the extraction of hydrocoloids from the leaves of malva sylvestris.

Hidratação e solubilização mecânica na extração de hidrocolóides das folhas de malva sylvestris.

Domínguez Castañeda. Jorge[1] , Gonzales Capcha, John[1] y Rodriguez Paucar. Gilbert[1]

Resumen

El trabajo tuvo por objetivo determinar las condiciones de hidratación y solubilización por expresión mecánica para extraer hidrocoloides con máximo rendimiento (% p/p) a partir de hojas de Malva sylvestris. Se establecieron para la hidratación los efectos de proporción disolvente: soluto (W/S) de 15, 20 y 25 g. agua/g. hojas en polvo y tiempos de maceración de 30, 60 y 90 min usando como metodología el diseño de superficie de respuesta en arreglo factorial 3^2 y para la solubilización mediante martillos con presión de 53 db a velocidades de 424, 508 y 592 mov/min por tiempos de 60, 120 y 180 s. Los resultados mostraron un coeficiente de determinación de 96.5 %, un modelo de segundo orden que se ajustó a la respuesta estudiada. Las condiciones para lograr extraer hidrocoloides con mayor rendimiento (19.21 %) en la hidratación fue la relación W/S de 25 por 30 min y para la solubilización de 592 mov/min por 180 s.

Palabras clave: hidratación, solubilización, hidrocoloides, Malva sylvestris.

Abstract

The objective of the work was to determine the hydration and solubilization conditions by mechanical expression to extract hydrocolloids with maximum yield (% p/p) from Malva sylvestris leaves. Solvent ratio effects were established for hydration solute (W/S) of 15, 20 and 25 g water / g powder sheets and maceration times of 30, 60 and 90min using as a methodology the design of response surface in factorial arrangement 3^2 and for solubilization by hammers with pressure of 53 db at speeds of 424, 508 and 592 mov / min for times of 60, 120 and 180s. The results showed a coefficient of determination of 96.5 %, a second order model that was adjusted to the response studied. The conditions to extract hydrocolloids with higher yield (19.21 %) in hydration was the W/S ratio of 25 for 30 min and for solubilization of 592 mov/min for 180 s.

Keywords: hydration, solubilization, hydrocolloids, Malva sylvestris.

Resumo

O objetivo do trabalho foi determinar as condições de hidratação e solubilização por expressão mecânica para extrair hidrocolóides com rendimento máximo (% p / p) de folhas de Malva sylvestris. Os efeitos da razão solvente foram estabelecidos para a hidratação: soluto (W / S) de 15, 20 e 25 g água / g folhas em pó e tempos de maceração de 30, 60 e 90 min, utilizando como metodologia o projeto da superfície de resposta em arranjo fatorial 3^2 e para a solubilização por martelos com pressão de 53 db nas velocidades de 424, 508 e 592mov / min para tempos de 60, 120 e 180 s. Os resultados mostraram um coeficiente de determinação de 96,5 %, um modelo de segunda ordem que foi ajustado à resposta estudada. As condições para extrair hidrocolóides com maior rendimento (19,21 %) na hidratação foram a razão W/S de 25 por 30 min e para a solubilização de 592 mov/min por 180 s.

Palavras-chave: hidratação, solubilização, hidrocolóides, Malva sylvestris

[1] Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial. Maestro. Universidad Nacional del Santa, Nuevo Chimbote, Perú. jmduns@hotmail.com
Recibido: 10/10/2019 Aceptado: 22/10/2019

1. Introducción

En las riberas, caminos, campos y suburbios de los pueblos de la parte baja y alta de la selva peruana, encontramos a la malva (Malva sylvestris). De sus hojas, la población mediante estrujado manual, extrae gomas o hidrocoloides a través de inmersión en agua temperada, las usa en forma de emoliente contra la inflamación renal, dolor de estómago, hinchazones, estreñimiento, etc, propiedades, que le confiere un promisorio futuro en el campo de medicina natural (Gimeno, 2000) sin embargo, bajo esta modalidad de extracción, por desconocimiento de operaciones y parámetros óptimos, los hidrocoloides, no son extraídos en su totalidad. Estos compuestos, son polisacáridos que tienen alta capacidad de retener agua y producir partículas coloidales, y actúan como gelificantes, espesantes, emulsionantes y estabilizantes, las cuales mejoran y modifican la reología de los sistemas alimentarios (Angiolini, 2013). Para la extracción, el método sólido-líquido es el más utilizado, esto implica separar uno o varios constituyentes solubles contenidos en un sólido inerte mediante solventes. En este proceso influyen factores como la relación materia prima-solvente, tiempo de maceración, tamaño de partículas, tipo de solvente, la temperatura y agitación (Farela, 2017). La etapa crítica para extraer es la solubilización del hidrocoloide, que se realiza mediante agitación mecánica y/o sonificación y es directamente proporcional al rendimiento del mucílago (Marin, et al. 2008). Para extraer hidrocoloides de hojas de Malva con rendimiento de 8.377±0,38%, las condiciones óptimas fueron, temperatura: 90 ◦C, tiempo de extracción: 4 h, el número de extracción: 2 y la proporción de agua a materia prima: 21 (Samavati y Manoochehrizade. 2013). Otros métodos usan insumos químicos como solventes orgánicos, ácidos y bases fuertes, así como altos niveles de energía calorífica, que influencian en la conservación de sus propiedades, razón por la cual se inicia el presente estudio, el objetivo fue optimizar las condiciones de hidratación y solubilización por expresión mecánica para extraer hidrocoloides con máximo rendimiento a partir de hojas de Malva sylvestris.

2. Material y métodos

La extracción de hidrocoloides a partir de hojas de Malva sylvestris, se realizó modificando el método propuesto por Samavati y Manoochehrizade (2013), y consistió de las siguientes etapas:

Recolección y lavado: Las hojas en muestras de 5kg fueron recolectadas manualmente de plantas en floración en las tres primeras semanas de mayo del 2019, bajo condiciones ambientales de 29 °C±2 °C y 98 % de humedad relativa. De las plantas, ubicadas en la Junta Vecinal 21 de febrero, distrito de Neshuya, provincia del Padre Abad, departamento de Ucayali, Perú, con criterio de homogeneidad de tamaño y color, se seleccionaron y en inmersión con agua potable fueron lavadas y caracterizadas física y morfológicamente.

Deshidratación: Las hojas, se secaron en campo bajo sombra a temperatura de 27 a 29 °C y humedad relativa del 90 % por 4 horas, hasta humedad del 18%, luego embaladas mediante papel aluminio fueron transportadas a laboratorio para ser deshidratadas mediante secador de bandejas a 50°C x 1 m/s de velocidad de aire por 5 horas, hasta alcanzar humedad de 6.5 – 7.0% (Otazu, 2010).

Molienda: Las hojas deshidratadas, fueron trituradas mediante molino ultra centrifugo a 9000rpm hasta tamaño de partículas en el rango de 90 - 250 µm (Retsch, 1985). En esta etapa, el polvo fino fue caracterizado mediante análisis químico proximal.

Hidratación: Se hidrataron las hojas en polvo, en volúmenes de 200 ml, en inmersión en agua destilada a pH de 6.8, en proporciones de 15, 20 y 25 (g. de agua/g. de hojas) y homogenizados mediante agitación mecánica por 1 minuto, luego dispuestos en reposo por tiempos de 30, 60 y 90 min, y evaluada mediante la densidad de las mezclas.

Solubilización: Las hojas en polvo e hidratadas, se solubilizaron por expresión mecánica mediante un homogenizador (Stomacher – 400) de martillos a presión de 53 db, a 592 movimientos/min por 180 segundos, velocidad previamente establecida mediante las gomas (g) obtenidas en solución, a partir de ensayos con hojas en polvo hidratadas en proporción de 20 (g. de agua/g. de hojas) por 60 min a 424, 508 y 592 movimientos/min a presiones de 53 db. (Retsch, 1985), por 60, 120 y 180 segundos.

Centrifugación: Para separar los hidrocoloides en solución de los residuos sólidos insolubles, se centrifugó a 4000 rpm, 10 min y a 15 °C.

Concentración: Los hidrocoloides en solución dispuestos en 400ml, mediante rotavapor (Modelo IKA HB 10) a -120 mBar y 60 °C, por 130 min, se concentraron hasta la mitad de su volumen.

Deshidratación: Las soluciones concentradas de hidrocoloides, fueron deshidratados en secador de bandejas a temperatura de 60°C x 1 m/s de velocidad de aire hasta humedad de 9.0 %.

Trituración y envasado: Mediante mortero, se trituraron los hidrocoloides hasta tamaño de 2 mm de diámetro y envasados en bolsas de polietileno de alta densidad.

Evaluación estadística de la hidratación de hojas en polvo vs rendimiento: Con el software Statgraphics Centurión, mediante el método de Superficie de Respuesta, bajo las condiciones de hidratación, se planteó realizar 27 corridas, que fueron evaluados a través del rendimiento como variable respuesta, y la aplicación de la prueba F (ANOVA) con 95 % de confiabilidad, dicho rendimiento (% p/p), se calculó con la relación, entre g. de hidrocoloide obtenido por g de hojas en polvo empleado y, finalmente se determinó el modelo matemático que predijo los parámetros óptimos de la hidratación con máximo rendimiento.

3. Resultados y Discusión

3.1. Características físicas y morfológicas de las hojas de Malva sylvestris

La Malva originaria de Europa, África del Norte y Asia, pertenece al orden malvales, planta herbácea anual con flores amarillas. Por efecto de la temperatura e incidencia de la luz solar, las hojas presentan tamaño variado, en etapa de floración, las hojas grandes están ubicadas cerca del ápice, las medianas a altura media y las pequeñas cerca al suelo (Wright, et al. 2017). Para extraer hidrocoloides se emplearon las hojas medianas (Tabla 1), con peso fresco promedio de 2.457 g y dimensiones que variaron de 112.8 a 150.14 mm. Por la forma según la Figura 1, las hojas son acorazonadas con bordes dentados y cinco lóbulos poco profundos.

Tabla 1

Medidas de hojas de Malva sylvestris

Característica	pequeña	mediana	grande
Peso hoja (g)	1.215±0.16	2.457±0.24	3.116±0.62
Dimensiones			
Longitudinal (mm)	97.15±2.64	112.80±3.11	117.67±2.23
Transversal (mm)	145.14±3.51	150.14±3.72	155.33±2.31
Diagonal (mm)	133.25±2.84	144.75±3.81	154.28±3.52

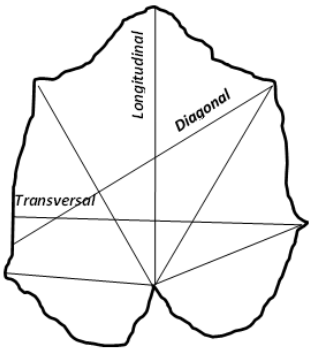

Figura 1. Morfología de la hoja de Malva sylvestris

3.2. Análisis químico proximal de hojas de Malva sylvestris

Las hojas de Malva sylvestris en polvo según la Tabla 2, presentaron valores de humedad, proteína, grasa, ceniza y carbohidratos cercanos a lo reportado por Moya (2016). En su composición, se observa un alto contenido de carbohidratos (60.52 %), comparado con valores bajos de proteínas (15.5 %), grasas (2.20 %) y cenizas (12.05 %).

Tabla 2

Composición química proximal/100g. hojas en polvo

Componente	% bh	% bs
Humedad	9.73±0.66	10.84±0.32
Proteína	15.50±0.15	17.23±0.12
Grasa	2.20±0.08	2.44±0.04
Cenizas	12.05±0.43	13.33±0.21
Carbohidratos	60.52±0.45	67.04±0.42

3.3. Hidratación de hojas de Malva sylvestris

En sistemas sólido-líquidos, se presentan fenómenos de transporte de materia o difusión de Fick, sumadas las fuerzas de atracción generadas en sistemas coloidales, así también interacciones intermoleculares del polisacárido con las moléculas de agua (Moya, 2016). El agua se va fijando fuertemente por atracción, conforme se van emparejando rápidamente las cargas positivas con negativas. La maceración de los polisacáridos se realiza con diversos tipos de solventes ácidos y bases en solución, en el presente estudio se empleó el agua pura con 6.8 de pH. Durante la hidratación (Figura 2) la densidad en cada maceración es de 15, 20 y 25 g. agua/g. hojas a través de 30, 60 y 90 min. La densidad (g/ml) de las muestras de 15 g. agua/g. hojas, aumentó en mayor magnitud, seguido con menor variación la de 20 g. agua/g. hojas y 25g. agua/g. hojas mantuvo constante su densidad, debido a los diferentes grados de dilución, demostrándose que, a mayor diferencia de concentración de sólidos, las partículas de hojas, fueron difundiéndose hacia la parte inferior, donde formaron conglomerados y luego se sedimentaron. Es decir, que la maceración de 25g. agua/g. hojas hasta los 90 min, mantuvo sus partículas en suspensión de manera homogénea, condición importante para realizar la solubilización.

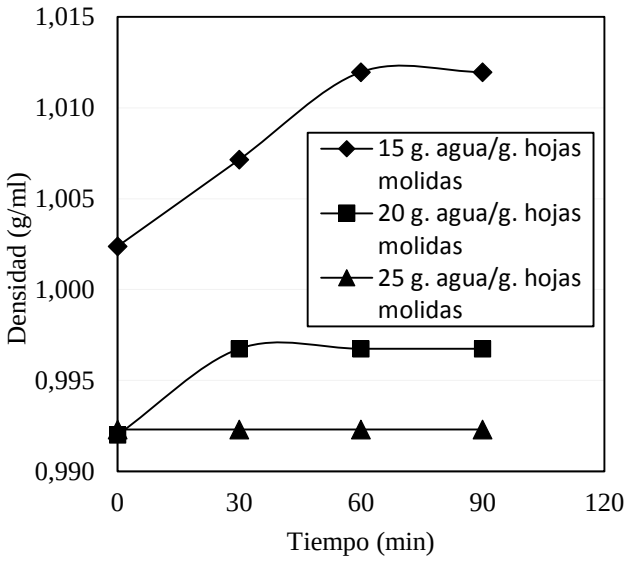

Figura 2. Hidratación de hidrocoloides según g. agua/g. hojas

3.4. Solubilización mecánica de hidrocoloides

Los hidrocoloides naturales se encuentran como mezclas de polisacáridos en las diferentes partes de las plantas, que, dependiendo de la fuente, su separación es complicado (Quemener, et al. 2000) para ello, la agitación mecánica y sonificación son técnicas de solubilización empleadas generalmente, en el presente estudio, se aplicó la expresión mecánica (nueva técnica de solubilización) mediante martillos de las partículas hidratadas con presión de 53 db. La figura 3, muestra el peso las gomas bajo sistemas coloidales, obtenidas por efecto de la solubilización del polvo de hojas hidratadas, expresión mecánica a 424, 508 y 592 movimientos/min con 60, 120 y 180 segundos. Se observa que existe una relación directa entre las gomas (obtenidas por g de hojas en polvo) y el tiempo de expresión, es decir, a medida que aumenta el tiempo de solubilización, aumenta el peso (g) de las gomas. Asimismo, el mayor peso de 150 - 190g. de gomas, se obtuvo cuando la solubilización se produjo a máxima velocidad de los martillos del Stomacher (592mov/min), seguido con 140 – 160 g con velocidad media de 508 mov/min y con menos peso de gomas de 125 – 135 g con velocidad mínima de 424 mov/min.

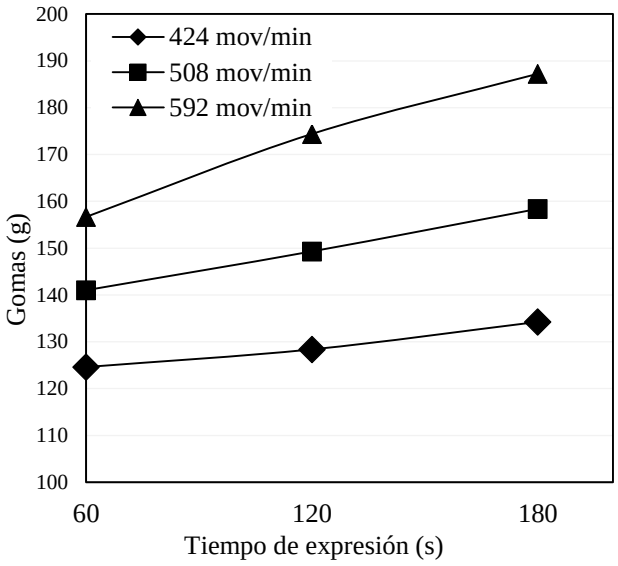

Figura 3. Solubilidad de hidrocoloides según velocidad y tiempo de expresión

3.5. Evaluación del rendimiento

El análisis de varianza (Tabla 3) para el efecto de la relación solvente/sólido (15, 20 y 25 g. de agua/g. de hojas molidas) y tiempo de hidratación (30, 60 y 90 min) en el rendimiento (% - p/p) durante la extracción de hidrocoloides, determina que a nivel de 95% de confiabilidad, la relación solvente/sólido y tiempo de hidratación tienen efecto altamente significativo durante el proceso de extracción en el rendimiento de hidrocoloides.

Tabla 3

ANOVA para el rendimiento en la extracción de hidrocoloides

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Hidratación	426.048	1	426.048	326.99	***0.0000***
B:Tiempo Hidratación	358.941	1	358.941	275.48	***0.0000***
AA	29.7869	1	29.7869	22.86	***0.0001***
AB	0.980408	1	0.980408	0.75	0.3965
BB	1.58655	1	1.58655	1.22	0.2836
Bloques	4.35087	2	2.17544	1.67	0.2148
Error total	24.7561	19	1.30295		
Total	846.45	26			

3.6. Optimización de la hidratación en la extracción

De las 27 corridas realizadas para optimizar los parámetros de hidratación, (Figura 5), se determina que el más alto rendimiento se obtiene con la proporción de g. agua/g. hojas a 25 y tiempo de hidratación de 30 min. Estas condiciones experimentales, fueron evaluados con el análisis de regresión múltiple, revelando un modelo polinomial de segundo orden con R^2 de 0.965 y Coeficiente de Variabilidad de 12.14 %, siendo la ecuación ajustada para predecir el máximo rendimiento (19.21 %p/p) de extracción de hidrocoloides, la siguiente:

$$Y=-35.103+4.652331X_1-0.179304X_2-0.0891244X_1^2-0.00190556\ X_1\ X_2+0.000571358X_2^2$$

Dónde: X_1 es solvente/sólido (g. agua/g. hojas) y X_2 es tiempo de hidratación (min).

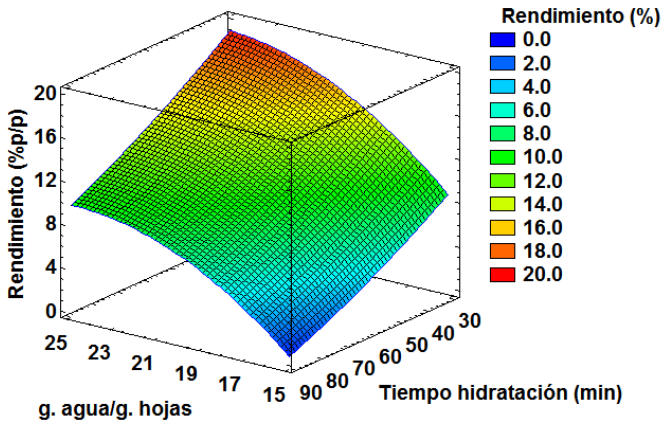

Figura 5. Superficie de respuesta para el rendimiento (%p/p) de hidrocoloides según proporción solvente: sólido (g. agua/g. hojas) y tiempo de hidratación (min) durante la extracción.

3.7. Validación del modelo

Con tres corridas experimentales, bajo los parámetros óptimos de X1: 25 g. agua/g. hojas y X2: 30min, se validó el modelo matemático, obteniéndose un rendimiento de 18.64, con una desviación estándar de 0.40 con respecto al valor predecible.

4. Conclusiones

Se confirmó que la metodología de superficie de respuesta es una herramienta matemática adecuada para determinar las condiciones de hidratación en el proceso de extracción mecánica de hidrocoloides de las hojas de Malva sylvestris con máximo rendimiento. El análisis de la superficie de respuesta modeló una ecuación de regresión cuadrática con un alto grado de R^2 y bajo Coeficiente de variabilidad. El software determinó a la hidratación en la proporción de 25 g. agua/g. hojas durante 30 min para extraer hidrocoloides con máximo rendimiento de 19.21 % (p/p), etapa que se complementó con la mayor solubilidad mecánica, lograda mediante un homogenizador de martillos con 592 mov/min, presión de 53 db por 180 s.

5. Referencias

Angiolini, A. (2013). Los hidrocoloides, aditivos de alta funcionalidad. Tecnifood. La revista de la tecnología alimentaria (pp. 97 – 99), Valencia. España.

Díaz de Vivar, M. E. (2014). Interacciones intermoleculares no enlazantes. Estructura y propiedades físicas. Universidad Nacional de la Patagonia San Juan Bosco. Argentina

Farela, L. L. (2017). Extracción y caracterización del mucílago de la semilla de chan (Salvia hispánica l.) para la determinación de los parámetros de aplicación como aditivo espesante en función a la concentración en mermelada de fresa (pp. 10 – 14), Facultad de Ingeniería. Universidad Rafael Landívar. Guatemala.

Gimeno, G. (2000). Fitoterapia. Medicina Naturista. N° 2:109-111. ISSS:1576-3080. Facultad de Medicina de la Universidad de Zaragoza. Zaragoza. España.

Marin, A. et al. (2008). Proceso de Obtención del mucílago de Salvia hispánica L. (pp.1–28), Instituto Tecnológico y de estudios superiores de Monterrey Nuevo León México.

Moya, P. E. (2016). Rendimiento de forraje de árboles, arbustos y preferencia de consumo en conejos. Facultad de Ciencias Agropecuarias de la Universidad Técnica de Ambato. (pp.18-19). Ecuador.

Otazu, I. (2010). Influencia de la temperatura y tiempo de secado en la calidad de las hojas de Cymbopogon Citratus D.C. STAF. (pp. 1–22), Universidade Federal de Viçosa. Minas Gerais. Brasil.

Quemener B., et al. (2000). Quantitative analysis of hydrocolloids in food systems by methanolysis coupled to reverse HPLC. Part 2. Pectins, alginates and xanthan. Food Hydrocolloids 14:19-28

Retsch. (1985). Operation Manual Paddle Blender. Typ PB100. Retsch GmbH, 42781 Haan, Rheinische Strasse 36, (pp. 1-31), Germany.

Samavati y Manoochehrizade. (2013). Polysaccharide extraction from Malva sylvestris and its anti-oxidant activity. International journal of biological macromolecules. pp. 427-436

Wright, I. J. et al. (2017). Global climatic drivers of leaf size. Science, 357(6354), 917–921.