

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA
SEDE CUENCA**

**CARRERA DE INGENIERÍA EN
BIOTECNOLOGÍA DE LOS RECURSOS NATURALES**

*Trabajo de titulación previo a la
obtención del título de Ingeniera en
Biotecnología de los Recursos Naturales*

TRABAJO EXPERIMENTAL

**EVALUACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE LA CÁSCARA DE
LA CHIRIMOYA (*Annona cherimola*), DETERMINANDO SU
CAPACIDAD DE MODIFICADOR REOLÓGICO**

AUTORA:

TANYA BEATRIZ MATUTE MACHADO

TUTOR:

PABLO ARÉVALO MOSCOSO, Ph.D.

CUENCA - ECUADOR

2019

CESIÓN DE DERECHOS DE AUTOR

Yo, Tanya Beatriz Matute Machado con documento de identificación N° 0105366678, manifiesto mi voluntad y cedo a la Universidad Politécnica Salesiana la titularidad sobre los derechos patrimoniales en virtud de que soy autora del trabajo de titulación: **EVALUACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE LA CÁSCARA DE LA CHIRIMOYA (*Annona cherimola*), DETERMINANDO SU CAPACIDAD DE MODIFICADOR REOLÓGICO**, el mismo que ha sido desarrollado para optar por el título de: *Ingeniera en Biotecnología de los Recursos Naturales*, en la Universidad Politécnica Salesiana, quedando la Universidad facultada para ejercer plenamente los derechos cedidos anteriormente.

En aplicación a lo determinado en la Ley de Propiedad Intelectual, en mi condición de autora, me reservo los derechos morales de la obra antes citada. En concordancia, suscribo este documento en el momento que entrego el trabajo en formato digital a la Biblioteca de la Universidad Politécnica Salesiana.

Cuenca, diciembre del 2019




Tanya Beatriz Matute Machado

C.I. 0105366678

CERTIFICACIÓN

Yo, declaro que bajo mi tutoría fue desarrollado el trabajo de titulación:
EVALUACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE LA CÁSCARA DE LA CHIRIMOYA (*Annona cherimola*), **DETERMINANDO SU CAPACIDAD DE MODIFICADOR REOLÓGICO**, realizado por Tanya Beatriz Matute Machado, obteniendo el *Trabajo Experimental*, que cumple con todos los requisitos estipulados por la Universidad Politécnica Salesiana.

Cuenca, diciembre del 2019

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Pablo Arévalo Moscoso', written over a horizontal line.

Pablo Wilson Arévalo Moscoso, Ph.D.
C.I. 0102156957

DECLARATORIA DE RESPONSABILIDAD

Yo, Tanya Beatriz Matute Machado con documento de identificación N° 0105366678, autora del trabajo de titulación: **EVALUACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA DE LA CÁSCARA DE LA CHIRIMOYA (*Annona cherimola*), DETERMINANDO SU CAPACIDAD DE MODIFICADOR REOLÓGICO**, certifico que el total contenido del *Trabajo Experimental* es mi exclusiva responsabilidad y autoría.

Cuenca, diciembre del 2019



Tanya Beatriz Matute Machado

C.I. 0105366678

DEDICATORIA

A lo largo del camino que emprendemos desde el inicio de nuestra vida nos encontramos con retos, con mil obstáculos, que nos impulsan ser más fuertes y sobre todo a ser mejor cada día haciendo que cada meta alcanzada sea de gran satisfacción y con una nueva enseñanza.

Por esto quiero dedicar mi trabajo de investigación a mi madre Viviana que me impulsa siempre a dar lo mejor de mí, brindándome su apoyo incondicional, su amor, su comprensión. Ella siempre será mi ejemplo de honestidad y sobre todo de humildad. Me ha enseñado que todo se debe realizar con responsabilidad para que las cosas salgan bien.

A mi hijo Matías mi mayor tesoro, quien me impulsa a seguir adelante en todos mis proyectos y sobre todo por su amor incondicional.

Y a Mateo mi esposo que siempre está ahí para brindarme su ayuda y comprensión, aun en los momentos más difíciles.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a mi madre mi mejor amiga, ella siempre ha estado a mi lado, festejando los buenos momentos y dándome su mano para levantarme cuando he tenido caídas en mi vida, ayudándome a ser más fuerte cada día y sobre todo mostrándome que aun cuando el camino esta oscuro va a salir el sol.

A mi padre que a pesar de todas nuestras diferencias siempre me ha brindado su ayuda.

A mi hermano, quien me ha mostrado que se puede ser muy fuerte a pesar de los problemas y salir adelante, aunque todo parezca que está mal.

A mi tío Guillermo, siempre brindándome su apoyo, su ayuda incondicional y sobre todo su amor de padre.

A Mateo y Matías, quienes siempre están ahí para brindarme una sonrisa cuando estoy triste o enojada, quienes me impulsan a seguir adelante.

A mi tía Jenny y mis abuelitos Delia y Carlos, que siempre que necesité de su ayuda estuvieron dándomela sin importar que sea.

A mis maestros que me han acompañado a lo largo de toda la carrera, alegrándose de mis triunfos y ayudándome cuando he tenido algún problema.

RESUMEN

En el presente proyecto se realiza la obtención de pectina de la cáscara de chirimoya (*Annona Cherimola*), se identifica y caracteriza para que pueda ser usado como modificador reológico dentro del área cosmética, creación de *shampoo* específicamente, actualmente el modificador reológico más usado es el cloruro de Sodio que es el tenso activo más común para brindar al *shampoo* una viscosidad adecuada y satisfacer las demandas del consumidor, por otro lado, varios estudios han demostrado que el cloruro de sodio causa daños en el cabello, dejándolo quebradizo y disminuyendo su brillo natural.

La comparativa entre el cloruro de sodio y la pectina extraída de la cáscara de chirimoya se determinó mediante curvas reológicas basadas en los siguientes pares de estudio: Viscosidad-Velocidad, Viscosidad-concentración, Viscosidad-Días, Viscosidad-PH. Todos estos pares de estudio nos dan valores específicamente de la utilidad del *Shampoo*; Para complementar se realiza la medición de la altura de la espuma, esto con la finalidad de generar en el consumidor la sensación adecuada de limpieza en su cabello.

Palabras clave: Chirimoya, pectina, viscosidad, cloruro de sodio, concentración, pH.

ABSTRACT

In this project, the obtainment of pectin from the custard apple peel (*Annona Cherimola*) is carried out, identified and characterized so that it can be used as a rheological modifier within the cosmetic area, in the creation of shampoo specifically, currently the most used rheological modifier Sodium Chloride is the most common active tense to provide a shampoo with adequate viscosity and meet consumer demands, on the other hand, several studies have shown that Sodium Chloride causes damage to the hair, leaving it brittle and decreasing its Natural glow.

The comparison between Sodium Chloride and the pectin extracted from the custard apple rind is made by rheological curves based on the following study pairs: Viscosity-Speed, Viscosity-concentration, Viscosity-Days, Viscosity-PH. All these study pairs give us specific values of the usefulness of the Shampoo; To complement, the foam height measurement is performed, this with the determination to generate in the consumer the proper feeling of cleanliness in their hair.

Keywords: Cherimoya, pectin, viscosity, sodium chloride, concentration, pH.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CAPÍTULO 1.....	15
ANTECEDENTES.....	15
1.1 INTRODUCCIÓN	15
1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	18
1.3 FORMULACIÓN DEL PROBLEMA	19
1.4 JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN.....	19
1.5 DELIMITACIONES.....	20
1.6 OBJETIVOS.....	21
1.6.1 <i>Objetivo General.</i>	21
1.6.2 <i>Objetivos Específicos.</i>	21
1.7 HIPÓTESIS.....	22
CAPÍTULO 2.....	23
MARCO TEÓRICO	23
2.1 FUNDAMENTO TEÓRICO	23
2.1.1 <i>Chirimoya (Annona cherimola).</i>	23
2.1.1.1 Características botánicas.	24
2.1.1.2 Origen.....	25
2.1.1.3 Usos de la Chirimoya.....	26
2.1.2 <i>Pectina.</i>	26
2.1.2.1 Estructura química de la pectina.	27
2.1.2.1.1 Cadenas principales de la pectina.....	28
2.1.2.1.2 Cadenas secundarias de la pectina.....	30
2.1.2.2 Tipos de pectina.	31
2.1.2.2.1 Pectina de bajo metoxilo.	31
2.1.2.2.2 Pectina de alto metoxilo.	32
2.1.2.2.3 Pectina de bajo metoxilo amidadas.	33
2.1.2.3 Clasificación de las sustancias pécticas.	34
2.1.2.3.1 Protopectinas.	34
2.1.2.3.2 Ácidos pectínicos.	35
2.1.2.3.3 Pectinas.....	35
2.1.2.3.4 Ácidos pécticos.....	35
2.1.2.4 Propiedades de la pectina.	36
2.1.2.4.1 Solubilidad en agua.	36
2.1.2.4.2 Viscosidad.	36
2.1.2.4.3 Acidez.....	37
2.1.2.4.4 Poder de gelificación.....	37
2.1.2.4.5 Peso molecular.	37

2.1.2.4.6.	Longitud de cadenas.....	38
2.1.2.5	Aplicaciones industriales de la pectina.....	38
2.1.2.5.1	Industria Alimenticia.....	38
2.1.2.5.2	Industria farmacológica.....	39
2.1.2.6	Propiedades Fisicoquímicas.....	40
2.1.2.6.1	Peso Equivalente.....	40
2.1.2.6.2	Acidez libre (AL).....	40
2.1.2.6.3	Porcentaje de metoxilos (ME).....	41
2.1.2.6.4	Grado de eterificación (GE).....	41
2.1.3	<i>Shampoo</i>	41
2.1.3.1	Características del shampoo.....	43
2.1.3.2	Componentes del shampoo.....	44
2.1.3.2.1	Tensioactivos.....	44
2.1.3.2.2	Modificadores de la viscosidad.....	47
2.1.3.2.3	Agentes opalescentes y clarificantes.....	47
2.1.3.2.4	Agentes secuestrantes.....	48
2.1.3.2.5	Conservantes.....	48
2.1.3.2.6	Perfumes.....	49
2.1.3.3	Tipos de Shampoo.....	49
2.1.4	<i>Reología</i>	50
2.1.4.1	Fluidos.....	52
2.1.4.1.1	Fluidos Newtonianos.....	55
2.1.4.1.2	Fluidos no newtonianos.....	56
2.1.4.2	Métodos para determinar la viscosidad.....	57
2.1.4.2.1	Viscosímetro Engler.....	57
2.1.4.2.2	Viscosímetro de Ostwald.....	58
2.1.4.2.3	Viscosímetro de rotatorio.....	59
2.1.4.4	Modelos Reológicos.....	59
2.2	ESTADO DEL ARTE.....	62
2.3	MARCO CONCEPTUAL.....	67
CAPÍTULO 3.....		71
MATERIALES Y MÉTODOS.....		71
3.1	TIPO Y DISEÑO DE INVESTIGACIÓN.....	71
3.2	POBLACIÓN Y MUESTRA.....	71
3.3	VARIABLES.....	72
3.3.4	<i>Variables extrañas</i>	73
3.4	TÉCNICAS E INSTRUMENTOS PARA LA RECOLECCIÓN DE DATOS.....	73
3.5	TÉCNICAS DE PROCESAMIENTO Y ANÁLISIS DE DATOS.....	74
3.6	PROCEDIMIENTOS.....	74
3.6.1	<i>Obtención y caracterización de la pectina</i>	74

3.6.1.1	Extracción de la pectina.	74
3.6.1.1.1	Hidrólisis ácida.	74
3.6.1.1.2	Filtración.	75
3.6.1.1.3	Concentración.	75
3.6.1.1.4	Precipitación.	75
3.6.1.1.5	Lavado.	76
3.6.1.1.6	Secado.	76
3.6.1.1.7	Molienda.	76
3.6.1.1.8	Almacenamiento.	77
3.6.1.2	Identificación de la pectina.	77
3.6.1.3	Determinación del peso equivalente y acidez libre.	77
3.6.1.4	Porcentaje de metoxilo, grado esterificación y porcentaje de anhídrido galacturónico.	78
3.6.1.5	Grado de gelificación.	78
3.6.2	<i>Curvas de viscosidad.</i>	78
3.6.2.1	Formulación de shampoo.	79
3.6.2.2	Modificador reológico.	79
3.6.2.3	Determinación de viscosidad.	80
3.6.2.3.1	Curvas de comportamiento reológico con variación de velocidad.	81
3.6.2.3.2	Curvas de comportamiento reológico con variación de concentración.	81
3.6.2.3.3	Curvas de comportamiento reológico por tiempo almacenamiento.	81
3.6.2.3.4	Curvas de comportamiento reológico con variación de pH.	81
3.6.2.4	Determinación de la altura de espuma.	82

CAPÍTULO 4.....83

RESULTADOS Y DISCUSIÓN83

4.1	OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA PECTINA	83
4.1.1	<i>Extracción de la pectina.</i>	83
4.1.2	<i>Caracterización de la pectina.</i>	84
4.1.2.1	Identificación de la pectina.	84
4.1.2.2	Determinación del peso equivalente y acidez libre.	85
4.1.2.3	Porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de anhídrido galacturónico.	86
4.1.2.4	Grado de gelificación.	87
4.2	DETERMINACIÓN DE VISCOSIDAD Y ALTURA DE ESPUMA	88
4.2.1	<i>Curvas de comportamiento reológico con variación de velocidad.</i>	88
4.2.2	<i>Curvas de comportamiento reológico con variación de Ph.</i>	90
4.2.3	<i>Curvas de comportamiento reológico con variación de concentración.</i>	93
4.2.4	<i>Curvas de comportamiento reológico del tiempo de almacenamiento.</i>	95
4.2.5	<i>Determinación de la altura de espuma.</i>	98

CAPÍTULO 5.....102

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....102

5.1. CONCLUSIONES..... 102

5.2. RECOMENDACIONES 103

BIBLIOGRAFIA.....104

ANEXOS.....112

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

ILUSTRACIÓN 1 FRUTO CHIRIMOYA (ANNONA CHERIMOLA)	24
ILUSTRACIÓN 2 ESTRUCTURA DEL ÁCIDO A-D-GALACTURÓNICO.....	28
ILUSTRACIÓN 3 REPRESENTACIÓN SIMPLIFICADA DE LA ESTRUCTURA DE RG-I.....	29
ILUSTRACIÓN 4 REPRESENTACIÓN SIMPLIFICADA DE LA ESTRUCTURA DE ARABINANAS	30
ILUSTRACIÓN 5 REPRESENTACIÓN SIMPLIFICADA DE LA ESTRUCTURA DE XGA	31
ILUSTRACIÓN 6 PECTINAS DE BAJO ÍNDICE DE METOXILO (LM)	32
ILUSTRACIÓN 7 PECTINA DE ALTO ÍNDICE DE METOXILO (HM).....	33
ILUSTRACIÓN 8 PECTINA DE BAJO METOXILO AMIDADA.....	34
ILUSTRACIÓN 9 DIAGRAMA DE UN FLUIDO EN FLUJO CORTANTE SIMPLE.....	54
ILUSTRACIÓN 10 GRÁFICA DE COMPORTAMIENTO REOLÓGICO CON RESPECTO A LA VELOCIDAD - CLORURO DE SODIO.	89
ILUSTRACIÓN 11 GRÁFICA DE COMPORTAMIENTO REOLÓGICO CON RESPECTO A LA VELOCIDAD- PECTINA	90
ILUSTRACIÓN 12 COMPORTAMIENTO REOLÓGICO CON VARIACIÓN DE PH - CLORURO DE SODIO.....	91
ILUSTRACIÓN 13 COMPORTAMIENTO REOLÓGICO CON VARIACIÓN DE PH- PECTINA ...	92
ILUSTRACIÓN 14 GRÁFICA DE COMPORTAMIENTO REOLÓGICO CON VARIACIÓN DE CONCENTRACIÓN CLORURO DE SODIO.....	94
ILUSTRACIÓN 15 GRÁFICA DE COMPORTAMIENTO REOLÓGICO CON VARIACIÓN DE CONCENTRACIÓN PECTINA	95
ILUSTRACIÓN 16 GRÁFICA DE COMPORTAMIENTO REOLÓGICO TIEMPO DE ALMACENAMIENTO DEL CLORURO DE SODIO.....	96

ILUSTRACIÓN 17 GRÁFICA DE COMPORTAMIENTO REOLÓGICO DEL TIEMPO DE ALMACENAMIENTO DE LA PECTINA	97
--	----

ILUSTRACIÓN 18 GRAFICA DE LA ALTURA DE ESPUMA DEL CLORURO DE SODIO Y PECTINA A 1 Y 5 MINUTOS	101
---	-----

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1 FORMULACIÓN DE SHAMPOO	79
TABLA 2 PORCENTAJE DE MODIFICADOR REOLÓGICO	80
TABLA 3 RENDIMIENTO DE LA CÁSCARA DE LA CHIRIMOYA.....	83
TABLA 4 IDENTIFICACIÓN DE LA PECTINA	84
TABLA 5 PESO EQUIVALENTE Y ACIDES LIBRE.....	85
TABLA 6 PORCENTAJE DE METOXILO, GRADO DE ESTERIFICACIÓN Y PORCENTAJE DE ANHÍDRIDO GALACTURÓNICO	86
TABLA 7 GRADO DE GELIFICACIÓN	87
TABLA 8 ALTURA DE LA ESPUMA SHAMPOO CON CLORURO DE SODIO	99
TABLA 9 ALTURA DE LA ESPUMA SHAMPOO CON PECTINA	100

Capítulo 1

Antecedentes

1.1 Introducción

En la actualidad, el *shampoo* es un producto de uso diario y su mercado abarca aproximadamente el 12% de la industria del cuidado y aseo personal (Pozo, 2018). Al día de hoy, existen distintos tipos de *shampoo* con diferentes propiedades, por citar algunos se encuentran: para bebés, anticaspa, para cabellos secos, entre otros.

Sin embargo, a manera general el *shampoo* tiene la función de despegar la grasa y eliminar la suciedad fijada en el cabello (Pozo, 2018). Otra función importante es proteger los elementos estructurales como la cutícula (la misma es responsable de las propiedades de tracción del cabello), ya que durante la limpieza existe desgaste de las células de esta corteza, siendo así una fuente importante de daño a la superficie del cabello (Barel, Paye, & Maibach, 2009).

Por otro lado, la aplicación debe ser sencilla y el *shampoo* debe ser lo suficientemente viscoso para no caer de la mano antes de ser aplicado; esta viscosidad se la consigue con cloruro de sodio, aunque existen sustancias que podrían tener un efecto similar, sin embargo, se debe realizar un análisis muy minucioso para elegir el ideal (Gil, 2018).

Para el año 2018, a nivel mundial se importaron 2.7 billones de USD de cloruro de sodio, es Estados Unidos el mayor importador (16%), seguido de China (8.1%), Japón (7.3%), Alemania (6.5%) y Bélgica (4.8%). A nivel de Sudamérica, se importaron alrededor de 57 millones de USD, y Brasil es el mayor importador de la región con el 44%. Para el mismo año Ecuador importó casi 2.5 millones de USD de NaCl para uso industrial (Observatory of economic complexity, 2019).

A pesar de su alto consumo en la fabricación de *shampoo*, se ha detectado que el cloruro de sodio es una de las principales causas de resequedad del cabello y de altos grados de irritación del cuero cabelludo (Wilkinson, 1990). Una de las enfermedades que causa la resequedad es la psoriasis cutánea inflamatoria crónica común, que tiende a seguir un patrón con ciclos de remisiones y exacerbaciones. Aparece en forma de lesiones de coloración roja, que se presentan habitualmente elevadas debido a la inflamación. Pueden también estar cubiertas por una capa de piel escamosa, plateada o blanca (Tsoi, 2012). Generalmente presenta casos de microinflamaciones que son inflamaciones leves de la piel que incluso las exploraciones clínicas no permiten descubrirlas. Sin embargo, si estudiamos el tejido cutáneo donde estas se encuentran podemos detectar la presencia de células inmunitarias inflamatorias; en otras palabras, la piel responde a la irritación con inflamación y, de este modo, intenta repararse a sí misma. Si estas células cutáneas son sometidas después a una irritación ulterior, la piel puede progresar hacia una respuesta inflamatoria verdadera (Ojeda, 2008).

Reducir el uso de sustancias que causan daño tanto en la apariencia como en la vitalidad del cabello y la piel hoy en día se ha convertido en un reto para los productos de uso humano, la propuesta de la tendencia actual pretende reemplazar la mayoría de dichas sustancias, por productos orgánicos que cumplan con similares características.

Según Maldonado (2010), las pectinas son hidrocoloides que presentan propiedades estabilizantes, espesantes y gelificantes siempre y cuando se encuentren en solución acuosa, esto les hace parcialmente solubles en jarabes ricos en azúcares.

En los últimos años, la pectina presente en los frutos ha sido estudiada y posteriormente ha sido empleada principalmente en la industria de alimentos (para producción de jaleas de frutas y otros comestibles), y en la industria farmacéutica (para la producción de geles y pastas cosméticas) (Carbajal, 2013).

La chirimoya o cherimoya (*Annona cherimola*) es una fruta perteneciente al género *Annona*, considerada una fruta gourmet en distintos países, nativa de los Andes Ecuatorianos. Este fruto es un sincarpio, formado por la fusión de numerosos carpelos (polidrupa), estos se encuentran unidos por una delgada membrana, pero provienen de fecundaciones independientes, el tamaño de la fruta es variable, pudiendo alcanzar en su estado de madurez desde los 200 g hasta 700 g aproximadamente (Santos et al., 2016).

1.2 Planteamiento del problema

El *shampoo* es un producto capilar, cuya función principal es la de limpiar el cabello y el cuero cabelludo, debe ser soluble en agua, espumoso para dejar el cabello flexible y presentar un pH y viscosidad adecuados (Vázquez, 2012).

Actualmente en la industria de la cosmetología, el cloruro de sodio es uno de los compuestos químicos más utilizados como un agente tensoactivo que aumenta la efectividad de los espesantes, sobre todo para la elaboración de productos como jabones y *shampoo*, ya que les da la consistencia adecuada. Sin embargo, el cloruro de sodio puede causar daño al cabello, en especial cuando se han realizado tratamientos químicos como: tintes, alisados permanentes, entre otros, causando resequedad, haciendo que luzca quebradizo y poco saludable, a más de causar un elevado grado de irritaciones (Wilkinson, 1990).

A pesar de que el cloruro de sodio es un modificador reológico, y que además es económico y de fácil obtención con respecto a otras sustancias, actualmente existe una tendencia en reducir su uso o eliminarlo del *shampoo*, por lo que podrían aplicarse en las formulaciones otros agentes reológicos de precio elevado, con tal de que los niveles de NaCl se mantengan bajos (Díaz & Villafuerte, 2012).

Los modificadores reológicos que se han utilizado como reemplazo del cloruro de sodio en las formulaciones de *shampoo* han tenido origen sintético lo

cual puede tener efectos negativos en nuestro cabello y en especial en el cuero cabelludo; además de tener precios elevados lo que aumenta el costo del *shampoo* en el mercado.

1.3 Formulación del problema

¿Los modificadores reológicos naturales pueden ser una alternativa para reemplazar el cloruro de sodio?

1.4 Justificación de la investigación

La industria de la cosmetología, específicamente en la producción de *shampoo* para cabello, ha encontrado en el cloruro de sodio un tensoactivo capaz de realizar de manera efectiva la función de espesante. (Wilkinson, 1990)

Actualmente se puede encontrar una variedad de sustancias que logran aumentar las características reológicas en la composición de un *shampoo* como polímeros, alcanolamidas, betaínas, entre otros; sin embargo, lo idóneo en una formulación es reducir costos evitando agentes reológicos de precios elevados y poco eficientes (Díaz & Villafuerte, 2012). En el mercado existen sustancias sintéticas como Acrylates Copolymer y Lauryl Lactate, que son utilizadas como modificadores reológicos para el *shampoo*, pero se desconoce si a largo plazo pueden causar daño a nuestro cabello (Gil, 2018).

En los últimos años, la pectina presente en los frutos ha sido estudiada y posteriormente ha sido empleada principalmente como agente estabilizante, gelificante y espesante en la industria alimenticia (para producción de mermeladas, entre otros comestibles), y en la industria farmacéutica (para la producción de geles y pastas cosméticas) (Flores, et al., 2014).

En el siguiente trabajo, se propone la extracción y caracterización de la pectina presente en frutos nativos del país, específicamente de la Chirimoya (*Annona cherimola*); posteriormente, realizar el análisis de su posible función como agente reológico para la estabilización y el espesamiento de sustancias cosmetológicas, de esta manera ser propuesta como reemplazo del cloruro de sodio en la formulación de *shampoo*.

1.5 Delimitaciones

Para la extracción de pectina se utilizará el método de hidrólisis ácida, en el que se emplea sustancias como ácido clorhídrico, ácido acético y ácido sulfúrico, estos son restringidos en el país, por lo que son costosos y difíciles de encontrar, es por esto que se utiliza ácido cítrico; no existen suficientes estudios con este último que respalden su efectividad por lo que no se tiene la certeza de obtener los resultados esperados.

La chirimoya es una fruta estacional, por lo que su maduración toma alrededor de 6 a 8 meses, dándose entre los meses de mayo y julio, por este motivo

la extracción de pectina no puede ser constante a lo largo del año y se debe esperar a los meses mencionados para poder realizarla.

1.6 Objetivos

1.6.1 Objetivo General.

Evaluar la pectina extraída de la cáscara del Chirimoya (*Annona cherimola*) a través de pruebas de laboratorio, determinando su capacidad de modificador reológico.

1.6.2 Objetivos Específicos.

- Caracterizar el extracto obtenido de la cáscara de la Chirimoya (*Annona cherimola*), mediante pruebas físico químicas, comprobando que es pectina.
- Analizar las pectinas extraídas de la cáscara del Chirimoya (*Annona cherimola*) mediante curvas de viscosidad, determinando las capacidades reológicas de las mismas.

1.7 Hipótesis

La pectina extraída de la cáscara de la Chirimoya (*Annona cherimola*), se comporta como un modificador reológico.

Capítulo 2

Marco teórico

2.1 Fundamento teórico

2.1.1 Chirimoya (*Annona cherimola*).

La chirimoya es una fruta subtropical, que se desarrolla y crece bajo una temperatura media anual de 14 – 24 °C; el clima debe ser fresco, además de no tener un cambio brusco de temperatura; su manejo es delicado, para evitar los daños mecánicos, físicos o por plagas (Avalos, et al., 2015). La chirimoya presenta un olor, textura y sabor agradable a los sentidos humanos, además posee propiedades digestivas, medicinales y nutritivas, lo que la hace apetecida tanto a nivel local como internacional (González, 2013).



Ilustración 1 Fruto chirimoya (Annona cherimola)

Fuente: (Villanueva, et al., 2005)

2.1.1.1 *Características botánicas.*

- Reino: Vegetal
- Subreino: Embriophyta
- División: Spermatophyta
- Subdivisión: Angiospermae
- Clase: Dicotyledoneae
- Orden: Ranales

- Suborden: Magnoliales
- Familia: Annonaceae
- Subfamilia: Annonoideae
- Género: Annona
- Especie: Annona cherimola Miller

2.1.1.2 Origen.

El árbol de chirimoya pertenece a la familia de las Anonáceas, es originario de los andes ecuatorianos y peruanos, aunque en algunos estudios se incluyen las zonas montañosas de Chile y Colombia. En Ecuador, específicamente en la provincia de Loja se encuentra el valle sagrado de Vilcabamba donde existen sembríos silvestres de chirimoya (González, 2013).

El fruto de la chirimoya era consumido por comunidades nativas de América hasta el descubrimiento de los españoles quienes la llamaron “manjar blanco”. Actualmente se puede presenciar su cultivo en países que tienen un clima subtropical tales como Chile, Perú, Ecuador, Colombia, Bolivia, Estados Unidos, España, Israel y Sudáfrica (González, 2013).

2.1.1.3 Usos de la Chirimoya.

- **Industria Alimenticia**

Es muy común que la chirimoya se consuma de una forma simple, ya sea sola, acompañada de otros frutos o en forma de jugo o batidos. La carne de este fruto no es fácil de procesar debido a su alta oxidación fenólica, lo que provoca su oscurecimiento y limita su uso culinario. A pesar de lo mencionado anteriormente, existen productos comerciales obtenidos a partir del extracto de la pulpa de este fruto (González, 2013).

- **Valor Medicinal**

Diversos estudios han reconocido a la *Annona cherimola* como una planta medicinal ya que contiene distintas sustancias bioactivas, las mismas se encuentran presentes principalmente en su raíz y hojas, que en infusión tienen efectos relajantes, y en sus frutos y semillas posee compuestos como aceites saponificables, flavonoides, alcaloides, acetogeninas, que tienen propiedades laxantes y son beneficiosos en la digestión. (González, 2013).

2.1.2 Pectina.

La pectina es una sustancia presente en las paredes primarias de las frutas y vegetales, específicamente en el tejido mesenquimático y parenquimático; cumple con la función de pegamiento dentro de las células (Nwanekesi & Alawuba, 1994).

Las pectinas contienen ácido galacturónico que se encuentra esterificado por metanol, el mismo que puede perderse por hidrólisis ácida, dejando el grupo carboxilo libre. Se clasifican de alto o bajo metoxilo dependiendo del porcentaje de ácido galacturónico esterificado, si es mayor o menor al 65% respectivamente (Quispe, 2017).

Para fines industriales, la extracción de pectinas se ve limitada por la cantidad de materia prima que se necesita para su obtención ya que de la cáscara de frutos como los cítricos adquiere un rendimiento de 20 a 35%, del girasol un 15 a 25% y de la pulpa de frutos como la manzana se tiene un 10 a 15% (Quispe, 2017).

En la industria de la cosmética los ácidos pépticos son empleados en la elaboración de dentífricos, cremas, lociones de baño y productos para el cabello. Además se emplea en la formulación de plásticos espumas, aglutinantes y materiales de absorción de contaminantes de efluentes industriales; lo que evidencia el alto nivel de utilidad y las potenciales futuras aplicaciones que se puede dar a esta sustancia orgánica (Chasquibol, Arroyo & Morales, 2008).

2.1.2.1 Estructura química de la pectina.

Las pectinas están constituidos por diecisiete monosacáridos diferentes, los mismos que conforman polisacáridos a partir de veinte diferentes enlaces con ácido urónico, hexosas, pentosas y metilpentosas, agrupados en diversos tipos de cadenas.

Las estructuras libres están sustituidas por radicales de metanol, ácido acético y fenólico. Además de contener azúcares como las furanosídicas (Quispe, 2017).

2.1.2.1.1 *Cadenas principales de la pectina.*

Homogalacturona

La homogalacturona constituye entre el 60 y 65% de la pectina ya que es el polisacárido más abundante. Contiene ácido α -D-galacturónico en la posición 1 – 4 de la cadena, los grupos carboxilo se encuentran metil-esterificados, y las cadenas pueden ser O-acetiladas en C-3 o en C-2 (Heredia, et al., 2003).

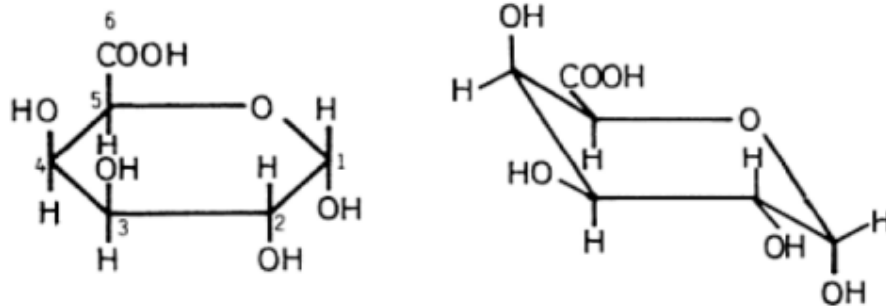


Ilustración 2 Estructura del ácido α -D-galacturónico

Fuente: (Quispe, 2017)

Ramnogalacturona I (RG-I)

La ramnogalacturona I se encuentra presente entre un 20 y 35% en la pectina, posee forma de zigzag ya que en el ácido α -1,4-galacturónico tiene residuos de ramnosa. Posee diversas cadenas de glucanos como la arabinana y galactana que están ligadas a la ramnosa (Quispe, 2017).

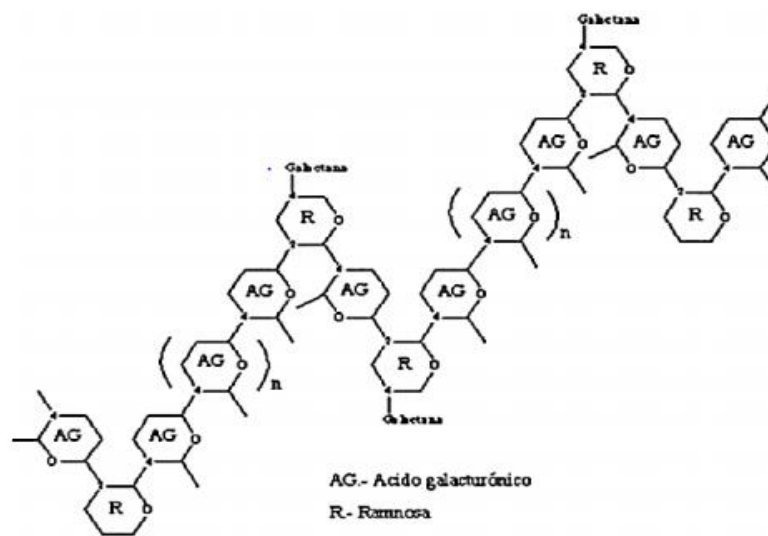


Ilustración 3 Representación simplificada de la estructura de RG-I

Fuente: (Quispe, 2017)

La Ramnogalacturona II (RG-II)

La ramnogalacturona II comprende el 10% de la pectina, es una estructura compleja y se encuentra en la mayoría de las paredes celulares de los vegetales y

frutas, contiene una estructura de ocho homogalacturona, además de tener hasta doce tipos de compuestos en su cadena como ácido acético, ácido docosaheptaenoico, apiosa y cetio-desoxioctulosonato (Quispe, 2017).

2.1.2.1.2 Cadenas secundarias de la pectina.

Arabinana (ARA)

Es una estructura compuesta por α - L - Arabinofuranosas que forma enlaces 1-5 y ramificaciones en C-3 y C-2. Las ramificaciones de α -Ara, se encuentran distribuidas de la misma forma a lo largo de la molécula (Heredia, et al., 2003).

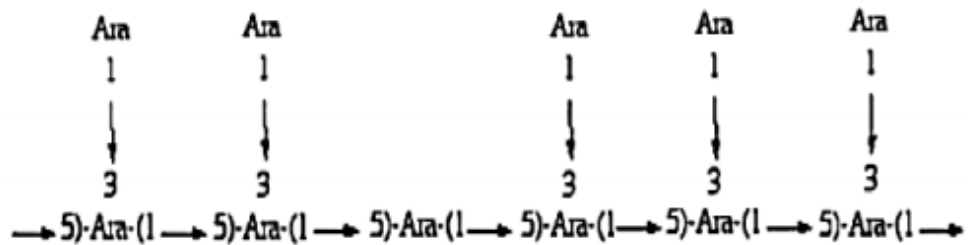


Ilustración 4 Representación simplificada de la estructura de arabinanas

Fuente: (Quispe, 2017)

La formación de gel se da por la presencia de enlaces entre los cationes de la pectina, formando una red con los grupos carboxilo. Dicho gel puede tener un pH entre 1 a 7, los sólidos solubles deben estar entre el 0 y 80%, en el caso del calcio debe estar en valores comprendidos entre cuarenta y cien miligramos, es lo más importante en la formación del mismo (Vaclavick & Christian, 2002).

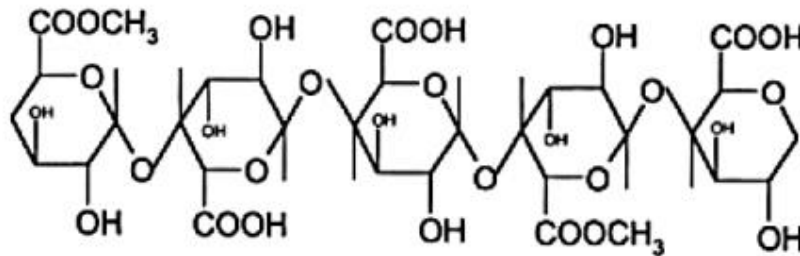


Ilustración 6 Pectinas de bajo índice de metoxilo (LM)

Fuente: (Quispe, 2017)

2.1.2.2.2 Pectina de alto metoxilo.

Las pectinas de alto metoxilo poseen entre el 50% al 58% grupo carboxilo esterificado, es por esto que una gran cantidad de los grupos carboxilo no están presentes para la formación de enlaces cruzados, por lo que dificulta la formación de geles. Las propiedades de estas pectinas dependen del grado de esterificación, a mayor grado de esterificación, mayor temperatura de gelificación. Por otro lado, el gel formado por estas pectinas tiene un pH comprendido entre 2.8 y 3.5 y un porcentaje de sólidos solubles entre 60%-70%.

Se clasifican en dos subgrupos: Rapidset y Slowset. Las primeras son de gelificación rápida con un porcentaje de esterificación entre 98 y 75%; por el contrario las Slowset gelifican después de cinco minutos en presencia de metanol y tiene un porcentaje de esterificación de 60 a 68% (Vaclavick & Christian, 2002).

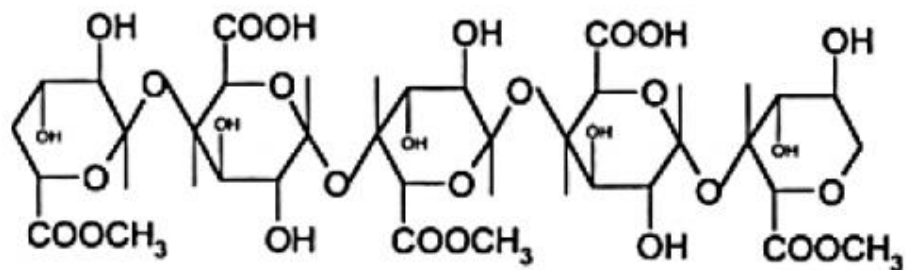


Ilustración 7 Pectina de alto índice de metoxilo (HM)

Fuente: (Quispe, 2017)

2.1.2.2.3 Pectina de bajo metoxilo amidadas.

Son pectinas que se obtienen mediante una desesterificación alcalina en presencia de amoníaco a partir de pectinas de alto metoxilo, como resultado, los grupos metoxilos son reemplazados por un radical amida. Son pectinas con bajo índice de metoxilo no necesitan adición de calcio para poder gelificar, es suficiente con el que ya se encuentra presente en los frutos. Puede formar geles termorreversibles (Cubero, Monferrer & Villalta, 2002).

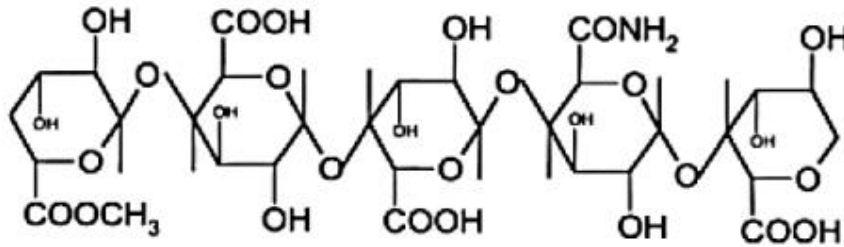


Ilustración 8 Pectina de bajo metoxilo amidada

Fuente: (Quispe, 2017)

2.1.2.3 *Clasificación de las sustancias pécticas.*

2.1.2.3.1 *Protopectinas.*

Se denomina protopectinas a las pectinas que no son solubles en agua y que bajo ciertas condiciones controladas de hidrólisis pueden generar ácidos pectínicos y de esta manera tienen todos los carboxilos esterificados. Este tipo de sustancias se encuentran con mayor facilidad en la primera capa de frutos en estado inmaduro (Vaclavick & Christian, 2002).

2.1.2.3.2 *Ácidos pectínicos.*

Son coloidales que tiene una gran cantidad de grupos metil-éster. Estos en condiciones adecuadas pueden llegar a formar geles en presencia de sacarosa, si contienen baja concentración de metoxilo es necesario la presencia de iones de calcio para la formación de gel, las sales de los ácidos pectínicos se denominan pectinatos (Navarro & Navarro, 1985).

2.1.2.3.3 *Pectinas.*

Son solubles en agua a temperaturas medio-altas, con un contenido considerable de metil-éster y un grado de neutralización. Tiene la capacidad de formar geles en presencia de solidos solubles o iones polivalentes (Vaclavick & Christian, 2002).

2.1.2.3.4 *Ácidos pécticos.*

Son aquellas sustancias que están compuestas por ácidos poligalacturónicos que casi están libres de grupos metoxilo. Contienen sales llamadas pectatos, estas reaccionan con los iones de calcio presentes en las células, y de esta forma produce sustancias insolubles en los jugos de frutas que se pueden evidenciar en la separación de fases en los néctares (Navarro & Navarro, 1985).

2.1.2.4 *Propiedades de la pectina.*

2.1.2.4.1 *Solubilidad en agua.*

La temperatura ideal del agua para diluir la pectina es de 25°C, sin embargo la misma puede formar grumos para evitar esto y que la solución quede más homogénea se agrega sales amortiguadoras, azúcar, concentraciones bajas de etanol (Lippincott & Wilkins, 2000). Además la pectina puede presentar una alta solubilidad en sustancias como formamida y sus derivados, glicerina a temperatura meda-alta. Las pectinas pueden mostrar un efecto contrario al mezclarlas con sustancias orgánicas, detergentes cuaternarios, otros polímeros, y proteínas. (Cubero, Monferrer & Villalta, 2002).

2.1.2.4.2 *Viscosidad.*

La viscosidad de las pectinas varía según sus características como el pH, porcentaje de metoxilo y su grado de esterificación, así tenemos algunas que contienen un alto grado de esterificación y al variar su pH no se aprecia un cambio en la viscosidad, otras pectinas que son poco esterificadas pueden presentar problemas para gelificar además dependen del pH del medio en el que se encuentran. Moléculas como el calcio pueden aumentar la viscosidad de la pectina en especial las que contienen un porcentaje bajo de metoxilo (Cubero, Monferrer & Villalta, 2002).

2.1.2.4.3 *Acidez.*

La acidez de las disoluciones de pectina puede variar según su grado de esterificación y pH, en su estado natural se considera que deben presentar un pH de 2,8 a 3,4 (Ortuño, 1999); (Owens, Miers & Maclay, 1948).

2.1.2.4.4 *Poder de gelificación.*

La gelificación de la pectina depende de la cristalización de los fragmentos de su cadena molecular que suelen ser limitados por una red tridimensional en donde mediante puentes de hidrógeno se encuentra unida a agua, azúcares, entre otros elementos. La presencia de azúcar es indispensable para la formación de geles por su acción deshidratante y provocar el cambio en su electronegatividad de las cadenas de la pectina. Otros factores importantes son el tamaño de las moléculas y la pureza de las pectinas (Ortuño, 1999).

2.1.2.4.5 *Peso molecular.*

Determinar el peso molecular de las pectinas es complicado ya que las muestras no son homogéneas y suelen compactarse con facilidad si no se encuentra en las condiciones de almacenamiento adecuadas. El peso molecular suele estar entre 20.000g/mol a 30.0000g/mol esto depende de la longitud de la cadena, de este factor depende la viscosidad de la pectina en soluciones como geles y jaleas (Ortuño, 1999).

2.1.2.4.6. Longitud de cadenas.

Determina la consistencia del gel y está íntimamente relacionada con el poder gelificante (Quispe, 2017).

2.1.2.5 Aplicaciones industriales de la pectina.

2.1.2.5.1 Industria Alimenticia.

- En mermeladas y gelatinas se utiliza las pectinas aminadas de bajo metoxilo ya que estas mejoran las características organolépticas de las mismas.
- Las pectinas son utilizadas para controlar la cristalización de helados de crema o hielo, cocteles, entre otros.
- En helados de hielo retiene los aromas y colores, que normalmente tienden a salir de la estructura del hielo (Jordi, 1996).
- En el caso de los productos lácteos como yogures y leches se utiliza las pectina con alto metoxilo, estas estabilizan las mezclas a altas temperaturas ya que al momento de adicionar la caseína en los lácteos suele bajar el pH a valores que puede dañar los mismos (Navarro & Navarro, 1985); (Canteri, et al, .2012).
- Se usa en bebidas frutales para mejorar la textura del producto y, así, reemplazar a la pulpa del fruto (Jordi, 1996).
- La gelatina ha sido la base tradicional para los postres de jaleas. Se formulan con pectinas aminadas de bajo metoxilo que proporcionan la textura y el punto de congelación adecuados (Jordi, 1996).

2.1.2.5.2 *Industria farmacológica.*

- La pectina es parte de los polisacáridos no amiláceos así como también el almidón, la hemicelulosa, entre otras sustancias, de este grupo la pectina es la que contiene una gran cantidad de fibra dietética que no suele ser degradada por enzimas en el organismo pero funcionar como microfibra natural en el intestino (Navarro & Navarro, 1985).
- Las cadenas cortas de la pectina en el organismos pueden transformarse en ácidos grasos y CO₂ por bacterias o enzimas como lactobacillus, micrococcus y enterococcus, por este motivo puede llegar a actuar como laxante (Canteri, et al., 2012).
- Las pomadas farmacéuticas y los ungüentos se pueden estabilizar con pectina, resultando entonces posible la incorporación de diversos mecanismos (Charley, 1995).
- Las moléculas de pectina actúan como antidiarreico y anti vomitivo al momento de tratar niños de corta edad, además ayuda a mejorar la asimilación de alimentos como los lácteos (Pilnik & Rombouts, 1979).
- Las pectinas son empleadas en tratamiento de enfermedades estomacales como las úlceras ya que estas cubren las paredes del estómago con una capa de una sustancia en forma de gel protegiendo el mismo de las secreciones biliares, de la misma forma cubre las paredes de los intestinos previniendo el daño por toxinas (Navarro & Navarro, 1985).

2.1.2.6 Propiedades Fisicoquímicas.

2.1.2.6.1 Peso Equivalente.

Para calcular el peso equivalente se emplea el método de Owens de una titulación ácido-base, tomando los miliequivalentes del hidróxido de sodio y la cantidad en mg de la sustancia estudiada (Owens, et al., 1952).

$$\text{Peso Equivalente (PE)} = \frac{\text{mg de componente ácido}}{\text{meq NaOH}} \quad \text{Ec1}$$

El peso equivalente es la cantidad de radicales carboxilos libres en donde actúa el hidróxido de sodio adicionado, separando los protones de las moléculas (Allinger, Jhonson, & Lebel, 1986).

2.1.2.6.2 Acidez libre (AL).

Para determinar la acidez libre se toma en cuenta los miliequivalentes de hidróxido de sodio y la cantidad de muestra utilizada (Owens, et al., 1952).

$$\text{Acidez libre} = \frac{\text{meq NaOH}}{\text{g componente ácido}} \quad \text{Ec2}$$

2.1.2.6.3 *Porcentaje de metoxilos (ME).*

La pectina contiene grupos metil-éster que están presentes en moléculas de ácido galacturónico, estos determinan la facilidad para formar geles en presencia de iones polivalentes y pueden ser de bajo o alto metoxilo (Ranganna, 1986).

La cantidad de metoxilo se determina realizando una saponificación con ácido clorhídrico y posteriormente una titulación ácido-base (Owens, et al., 1952).

$$\text{Porcentaje de metoxilo} = \frac{\text{meq } B * 31 * 100}{\text{mg componente ácido}} \quad \text{Ec3}$$

2.1.2.6.4 *Grado de esterificación (GE).*

El grado de esterificación es determinado por los miliequivalentes de los carboxilos presentes en el ácido galacturónico y los miliequivalentes de los carboxilos totales (Walton & Sinclary, 1984).

$$\text{Grado de Esterificación} = \frac{\text{meq } B}{(\text{meq } A + \text{meq } B)} * 100 \quad \text{Ec4}$$

2.1.3 **Shampoo.**

Un *shampoo* es un sistema complejo de tensioactivos que cumplen su función con el siguiente procedimiento se coloca el *shampoo* en el cabello, el mismo forma espuma entre el cabello esta reduce la tensión superficial de las grasa

adherida en el cabello y cuero cabelludo, haciendo que la misma resbale por la acción del agua (Thermo Scientific, 2014).

Según Observatory of economic complexity, (2019), a nivel mundial el cloruro de sodio tiene una alta demanda por sus distintos usos en diferentes aplicaciones, Países Bajos es el mayor exportador con el 11% del mercado, representando aproximadamente 293 millones de dólares, sin embargo, le sigue Alemania con \$235 millones y la India con \$196 millones. En términos de importación Estados Unidos es el principal importador con el 16% del total mercado y comprando \$437 millones de dólares de NaCl, le siguen China con el 8.1% (\$220 millones) y Japón con el 7.3% (\$199 millones).

El cabello está formado por una keratina dura y porosa, y por keratina blanda del cuero cabelludo, siendo esta última mucho más sensible al secado y al desenredado. El diámetro y la cantidad de las fibras capilares varía de acuerdo al área en donde se encuentre y del sexo de la persona, para la eliminación de la suciedad del cuero cabelludo se debe considerar algunas características como el clima, el entorno y las actividades que se realicen diariamente.

Para que el *shampoo* cumpla con su función de limpiar el cabello se debe tener en cuenta el agente que se va a utilizar para la formulación del mismo, esta función la suelen desempeñar tierras de diatomeas o harina. Es evidente que la detergencia, que es la eliminación de suciedad, implica los procesos siguientes:

2.1.3.1 *Características del shampoo.*

- Tener fácil aplicación en el cabello.
- Es importante la formación de espuma ya que se cree que el cabello será más suave y que funciona de una mejor manera esto es un valor psicológico de la población pero no garantiza la limpieza del cabello.
- Eliminación eficaz de la suciedad: para comprobar eliminación eficaz de la suciedad y grasa del cuero cabelludo se han realiza pruebas con mechones de cabello ensuciados con sebo sintético para observar la detergencia del *shampoo*.
- Facilidad del enjuagado: el cabello debe soltar la espuma conjuntamente con la suciedad de manera rápida en contacto con el agua.
- Una característica importante que debe brindar un *shampoo* es dejar el cabello flexible y fácil de peinar.

2.1.3.2 Componentes del shampoo.

Las formulaciones de *shampoo* tienen como principal componente el agua que está presente en un 80 %, los surfactantes también juegan un papel importante por lo que se encuentran en un porcentaje del 10%, otra de las sustancias relevantes para la consistencia de la mezcla es el modificador reológico que puede estar presente en concentraciones de entre 2 y 4%, alguna de las sustancias adicionales que se encuentren en el *shampoo* son los preservantes con 2% y el resto son fragancia y color. (Thermo Scientific, 2014).

2.1.3.2.1 Tensioactivos.

Estas moléculas están compuestas por una estructura hidrofílica que es soluble en sustancias como el agua y en algunas con fuerza iónica levemente elevada, y otra lipofílica soluble en sustancia no acuosa o con una baja fuerza iónica (Moreno, 2003).

Los tensioactivos tienen una característica importante y es la de absorberse sobre las superficies, dependiendo de la interfaz de la misma puede tener un efecto diferente como en líquido/sólido se disminuye la tensión superficial, al igual que líquido/aire. Estos agentes tienen como objetivo alterar la energía de la superficie en la que se encuentra (Pacheco, 2010).

Clasificación de los tensioactivos

- **Aniónico**

Es un tensioactivo muy utilizado en la formulación de *shampoo*, ya que es hidrofílico con carga negativa, posee un bajo costo y tiene una buena formación de espuma.

- **Catiónicos**

Al igual que el caso anterior se los utiliza para la formulación de *shampoo*, pero estos poseen una carga positiva, pero al entrar en contacto con el cabello que tiene una carga negativa lo hace ideal para formar espuma, limpia de manera efectiva y cuida el cabello dejándolo con brillo y flexible.

- **Anfóteros**

Pueden cumplir la función de un acondicionador ya que son moléculas con carga positiva, negativa o una combinación de las dos en un medio acuoso, esta va a depender de factores como el pH.

- **No iónicos:**

Es una molécula que contiene una cadena más o menos larga, puede ser hidrofílica o lipofílica dependiendo de su cadena grasa. (Martini, Chivot & Peyrefitti, 1997).

Tipos de modificadores reológicos:

- Electrolitos: estos son los adecuados para modificar la viscosidad y puede ser cloruro de sodio o amonio.
- Algunos modificadores son naturales como las gomas y los alginatos.
- Usar celulosa como un modificador reológico es una ventaja ya que posee propiedades como la remoción de la grasa y residuos del cabello además de generar gran cantidad de espuma suave.
- Algunos productos como los polímeros ayudan a mejorar la viscosidad y estabilidad del *shampoo*.
- En formulaciones de *shampoo* se ha estudiado el uso de diésteres de ácidos grasos, óxidos de amidominas entre otros, que son difíciles de conseguir (Romanowski & Schueller, 2009).

Estos modificadores dependen de la temperatura, su concentración en el *shampoo*, la viscosidad puede verse afectada por el uso de alcoholes u otros compuestos como el polioxialquileno.

2.1.3.2.2 *Modificadores de la viscosidad.*

- Electrolitos: 1:4 por 200 (p/p) de cloruro amónico o sódico, en presencia de sulfatos incrementa apreciablemente la viscosidad.
- Gomas naturales: karaya, trangacanto, alginatos.
- Derivados de la celulosa: estos compuestos generan una espuma suave lo que evita que se pegue la suciedad en el cabello se utiliza moléculas como el hidroxietil e hidroxipropil.
- Polímeros carboxivinílicos: como el carbopolo que además promueve la estabilidad del *shampoo*.

2.1.3.2.3 *Agentes opalescentes y clarificantes.*

- Alcanoamidas de ácidos grados superiores.

- Mono y diestearatos de glicol, monoestearatos y palmitatos de propilen glicol y glicerol.
- Alcoholes grasos que también contribuyen con la suavidad.
- Sustancias con látex y polímeros.
- Óxidos de zinc y dióxido de titanio finamente dispersas.
- Silicato de aluminio y magnesio que evita la sedimentación del producto.

2.1.3.2.4 *Agentes secuestrantes.*

Los agentes secuestrantes como las sales de etilendiamin-tetraacético tienen la función de limpiar el cabello cuando utiliza agua y *shampoo* con iones de calcio y magnesio.

2.1.3.2.5 *Conservantes.*

Una de las sustancias más conocidas como conservantes del *shampoo* es el formaldehído, es efectivo como las mercúricas de fenilo. Otros conservantes

recomendados son 5-bromo-5nitrodioxan conocido como Bronidox, y un compuesto cuaternario Dowicil 200⁸⁷.

2.1.3.2.6 *Perfumes.*

Los perfumes deben ser solubles, compatibles y no afectar la viscosidad y la estabilidad, no afectar el color formulación de *shampoo*, no debe causar daño en el cabello ni el cuero cabelludo.

2.1.3.3 *Tipos de Shampoo.*

- ***Shampoo líquido transparente***

No se sabe con precisión lo que el consumidor espera de una formulación de *shampoo* transparente, ya que tienen necesidades diferentes como la remoción de grasa, dar brillo y suavidad, entre otras funciones.

- ***Cremas sólidas o geles***

Es un *shampoo* que se formula a temperatura ambiente, cuyo compuesto más relevante es el lauril sulfato de sodio, aunque también se ha visto el uso de detergentes con una solubilidad baja.

- ***Shampoo con aceites***

Para este tipo de *shampoo* se utiliza el aceite sulfonados y ácido sulfúrico y se realiza en presencia de calor.

- ***Shampoo en polvo***

Estos ya no son comercializados debido a la dificultad para quitarlos del cabello. Están constituidos por sustancias no higroscópicas como son el lauril sulfato sódico, se le considera económico ya que necesita una mínima cantidad del mismo para limpiar el cabello.

- **Aerosoles**

Este *shampoo* es muy atractivo para el consumidor ya que es una manera rápida y fácil de aplicar en el cabello, pero debe cumplir con características como ser estable en presencia del gas propulsor, ser transparente y tener una viscosidad adecuada.

- ***Shampoo en seco***

Esta sustancia reacciona con el cuero cabelludo en especial en donde hay presencia de grasa, se deja durante 10 min y se retira con una peinilla.

2.1.4 Reología.

La reología estudia la variación de la forma y el flujo de la materia, teniendo en cuenta la elasticidad, viscosidad y plasticidad. Esta tiene un papel fundamental en la elaboración de productos, el envasado y almacenamiento de los mismos, dependiendo de lo anterior las propiedades organolépticas del producto (Leidreiter, Jenni & Maczkiewitz, 1996).

Un aspecto importante al momento de formular productos es la viscosidad ya que el consumidor desea que tanto la aplicación y la dosificación del mismo sea simple y cumpla de manera adecuada su función.

Expertos siempre al momento de realizar su trabajo buscan productos estables, económicos y de fácil manipulación; en especial cuando se trabaja con productos sólidos y estos tienen mayormente contacto con superficies verticales (Díaz & Villafuerte, 2012).

Según Díaz y Villafuerte, (2012) la viscosidad puede ser:

- **Dinámica**

Este tipo de viscosidad también es conocida como la pendiente en la curva de fluidez.

- **Cinemática**

La viscosidad cinemática es la relación entre la viscosidad dinámica con la densidad del fluido de estudio.

- **Aparente**

Es el estudio de fluidos no newtonianos relacionando el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación (Ramírez, 2006).

2.1.4.1 Fluidos.

Según Méndez y compañía en la actualidad el estudio de la viscosidad se ha visto muy diversificado debido principalmente al comportamiento heterogéneo de los fluidos que se emplean a nivel Industrial tales como las pinturas, suspensiones, emulsiones, polímeros fundidos, entre otros (Méndez, Pérez & Paniagua, 2010)

El comportamiento reológico de un fluido puede describirse como newtoniano o no newtoniano, A continuación, se presenta una explicación breve de cada uno de estos.

1. Fluido newtoniano

Un fluido newtoniano contiene una viscosidad constante que es independiente de la velocidad que se aplique, Y depende únicamente de la temperatura y en mucha menor medida de la presión.

2. Fluido no newtoniano.

Un fluido no newtoniano es aquel cuya viscosidad depende de las condiciones de flujo y de la velocidad con la que se mueve, es decir, su viscosidad varía con la variación de la velocidad que se le aplique.

3. Fluido no newtoniano pseudoplástico.

Los fluidos no newtonianos pseudoplásticos muestran una deformación al variar la velocidad. Este fenómeno se lo denomina fluidez adelgazante.

4. Fluido plástico

Este tipo de fluido también llamado dilatante muestra una mayor viscosidad al aumentar la velocidad.

5. Fluido de Bingham.

Este fluido tiene un comportamiento newtoniano pero se lo considera no newtoniano ya que para fluir necesita un esfuerzo crítico (Méndez et al., 2010).

En la figura que se expone a continuación se puede apreciar un líquido entre dos placas separadas y la deformación del fluido viscoso, así como el flujo cortante

simple que se aplica. Se observa que la placa superior tiene una velocidad constante ya que se ejerce una fuerza (Méndez, et al., 2010).

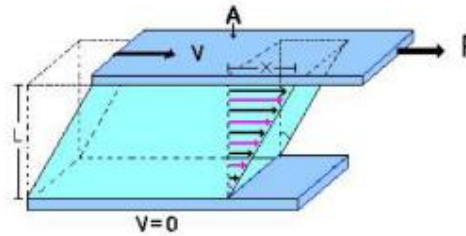


Ilustración 9 Diagrama de un fluido en flujo cortante simple

Fuente: Méndez, et al. (2010).

Para el caso mostrado el esfuerzo cortante (τ) que ejerce la placa superior en líquido está definido por la relación entre la fuerza (F) y el área (A).

$$\tau = \frac{F}{A}$$

(Ec 5)

La propiedad que contienen los fluidos es la resistencia a fluir muestran la relación entre el esfuerzo cortante y el tiempo de deformación.

$$\mu = \frac{\tau}{\gamma}$$

(Ec6)

Si la relación de la velocidad de deformación con el esfuerzo cortante y el esfuerzo de corte es lineal, entonces se habla de un fluido newtoniano; esta relación es llamada ecuación constitutiva y se expresa por el producto de la viscosidad dinámica (μ) y la rapidez de deformación (Carrasco, Castañeda & Altamirano, 2015).

$$\tau = \mu \dot{\gamma}$$

(Ec7)

2.1.4.1.1 Fluidos Newtonianos.

Sales

En la reología newtoniana están presentes sales de Na, K, Mg, las mismas se utilizan en un porcentaje de hasta 2% y se los utiliza como sólidos, soluciones acuosas o una combinación de los dos. Se los añade en una mezcla anfotérica en un sistema aniónico (Romanowski & Schueller, 2009).

La función de las micelas depende de su estructuras ya que las mismas están formadas por una porción hidrofílica y otra hidrofóbica, estas suelen tomar diversas formas esto dependerá de la función que vaya a desempeñar. Las micelas suelen hincharse en presencia de sal y esto hace que el movimiento de las mismas disminuya aumentando la viscosidad del sistema (Lochhead, 2012).

2.1.4.1.2 Fluidos no newtonianos.

Estos fluidos no cumplen con la ley de Newton por lo que no son proporcionales al esfuerzo cortante y la velocidad de deformación (Carrasco, Castañeda & Altamirano, 2015).

Los fluidos no newtonianos se pueden clasificar en:

Independientes del tiempo

- **Pseudoplástico o tixotrópico**

Al analizar este tipo de fluido se puede observar una curva con pendiente ya que al comparar el gradiente de velocidad con el esfuerzo cortante de la sustancia se determina que la viscosidad es afectada por la velocidad (Mott, 2006).

- **Dilatante**

Los fluidos dilatantes muestran un comportamiento contrario al anterior ya que la pendiente de curva es baja a menor velocidad y conforme aumenta la pendiente también lo hace el esfuerzo cortante con una determinada velocidad de deformación (Mott, 2006).

- **Fluidos de Bingham**

Se los denomina fluidos de inserción ya que necesitan de un esfuerzo cortante alto y se observa un pendiente lineal de la curva (Mott, 2006).

Dependiente del tiempo

- **Electrorreológicos.**

Estos fluidos presentan características que se las controlan con corriente eléctrica.

- **Magnetorreológicos.**

Contiene en sus moléculas pequeñas partículas de He suspendidas (Mott, 2006).

2.1.4.2 Métodos para determinar la viscosidad.

2.1.4.2.1 Viscosímetro Engler.

Este viscosímetro funciona utilizando una muestra de agua destilada y el fluido de estudio en igual cantidad, esto se lleva a baño María y se va tomando el tiempo

para evaluar el cambio de su viscosidad en grados Engler (°E) (Calvo, Cuartero & Puente, 2001)

Cálculos

$$\eta = \frac{\text{Tiempo líquido a } T^{\circ}\text{C}}{\text{Tiempo del agua a } 20^{\circ}\text{C}}$$

(Ec8)

2.1.4.2.2 Viscosímetro de Ostwald.

Este equipo está compuesto por una estructura de vidrio que tiene forma de un tubo en U, además tiene dos ensanchamientos en los extremos; este se lo debe tener en posición vertical para que la sustancia colocada fluya por acción de la gravedad se debe tener en cuenta el tiempo que tarde el fluido en bajar a las marcas del equipo (Calvo, Cuartero & Puente, 2001).

Un aspecto importante antes de usar este viscosímetro es la calibración con agua destilada, es recomendable hacer correr las muestras de la sustancia problema a diferentes temperaturas para observar su comportamiento y lograr tener una gráfica del mismo (Ramírez, 2006).

$$\eta = \frac{\text{Tiempo líquido a } T^{\circ}\text{C}}{\text{Tiempo del agua a } 20^{\circ}\text{C}}$$

(Ec9)

2.1.4.2.3 *Viscosímetro de rotatorio.*

Este equipo se lo utiliza para medir la viscosidad dinámica, consiste en la utilización de un disco rotacional llamado huesillo que se debe colocar dentro de la sustancia a estudiar, este huesillo mide la viscosidad en función a la fuerza de torsión que se ejerce sobre la sustancia.

Este huesillo está conectado a un motor que lo hace girar a una determinada velocidad o variación de la misma, esta tomara valores de las fuerza de torsión ejercida y se mide en mPa.s, este tipo de equipo realiza los cálculos por medio de modelos matemáticos de acuerdo al fluido utilizado (Calvo, Cuartero & Puente, 2001).

2.1.4.4 *Modelos Reológicos.*

- **Bingham:** muestran un comportamiento lineal de esfuerzo cortante y velocidad de corte después de alcanzar un umbral inicial de esfuerzo cortante. La viscosidad plástica (PV) es la pendiente de la línea y el umbral de fluencia plástica (YP) es el esfuerzo de umbral (Ortiz, 2014).

$$\tau = \tau_o + \eta \gamma$$

(Ec10)

- **Casson (Standard):** Este modelo da una buena descripción de las características reológicas de los fluidos de perforación. A altas temperaturas y bajas presiones la aproximación se hace más pobre (Moreno, 2009).

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_o} + \sqrt{\eta\dot{\gamma}}$$

(Ec11)

- **Power Law:** Este modelo es utilizado al momento del análisis de fluidos no newtonianos ya que su velocidad de deformación es alta; también es utilizado como base para cálculos de fluidos newtonianos (Kim, 2002).

$$\tau = \kappa\dot{\gamma}^n$$

(Ec12)

- **Modelo GPL (“Generalized Power Law”):** Para este modelo se considera la ley de las potencias ya que contiene velocidad de deformación relativamente baja y en algunos casos se lo utiliza para comparar con el modelo matemático de Casson (Kim, 2002).

$$\mu = 0,1\lambda(\dot{\gamma})^{n-1}$$

(Ec13)

- **IPC Paste:** En la aplicación de este modelo matemático se debe tener en cuenta el esfuerzo cortante, el tiempo, las condiciones del lugar de medición. Si la sustancia problema muestra una disminución de la deformación al fluir se lo denomina tixotrópica positiva; si tiene un comportamiento contrario se lo denomina tixotrópico negativo. Si la sustancia muestra variación de la viscosidad con el aumento de la velocidad se lo denomina reopécticos (Ramirez, 2017).

$$\eta = \kappa\dot{\varphi}^m$$

(Ec14)

2.2 Estado del arte

La pectina tiene la capacidad de absorber grandes cantidades de agua, es por esta razón que se la considera un coloide por excelencia. Se la puede encontrar principalmente en vegetales y frutas, los más utilizados son los cítricos como el limón, naranja, entre otros. Pertenece al grupo de los polisacáridos y se ubica en la pared primaria y en la lámina media; actúa como un cemento intercelular y los tejidos ricos en esta sustancia son los mesenquimáticos y parenquimáticos (Vasquez, et al., 2008).

Distintos autores, han utilizado el método de hidrólisis ácida para la extracción de pectina, Alariste, et al., (2013), estudio titulado “OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE LIMA PERSA (*Citrus latifolia tanaka*) DE LA ZONA DE CUITLAHUAC, VERACRUZ” dicen que este proceso es el más conocido para obtener dicho agente. Para lograr separar la pectina del resto de sustancias presentes en la cáscara de lima persa, se somete al sustrato en medio ácido y posteriormente se filtra y se purifica, en un paso posterior se deja secar y por último se muele hasta obtener un polvo fino listo para su uso y comercialización.

Páez, et al., (2005), estudio realizado en Venezuela, titulado “OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PECTINA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PARCHITA (*passiflora edulis f. Flavicarpa degener*)” se determinó que la calidad y el contenido de la pectina depende del estado de madurez de la fruta y el reactivo

de extracción, obteniendo de la parchita con coloración amarilla un mayor contenido de pectina pero su calidad es baja, por otro lado la fruta en estado temprano de madurez con un tono verde tiene un menor contenido de pectina, pero esto se ve recompensado en la calidad (determinada por el contenido de metoxilo y el grado de esterificación) ya que la misma es mejor que la de la fruta madura. Para ambos casos las sustancias utilizadas para la extracción son el hexametáfosfato de sodio, el mismo que mejora el rendimiento de la pectina, y el ácido clorhídrico que no afecta a la calidad de la misma.

En otra investigación Suarez y Orozco (2014), titulado “OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PECTINA A PARTIR DE LA CASCARILLA DE CACAO DEL *Theobroma cacao* L., SUBPRODUCTO DE UNA INDUSTRIA CHOCOLATERA NACIONAL”, se logró obtener pectina de la cascarilla de cacao usando el método de hidrólisis ácida empleando ácido cítrico, presentando un porcentaje de rendimiento de cascarilla bueno por lo que podría ser aprovechada industrialmente. La pectina en cuestión, presenta valores de peso equivalente, acidez libre, porcentaje de metoxilo y grado de esterificación que indican que la misma es de bajo metoxilo y alto grado de esterificación, estas propiedades generan dificultad en su capacidad de formar geles.

Existen estudios que se enfocan en los modificadores reológicos empleados en formulaciones de *shampoo* como el de Vásquez (2012), “CALIDAD ORGANOLÉPTICA Y FISICOQUÍMICA DE CHAMPÚS PARA CABELLO NORMAL QUE SE EXPENDEN EN BOTICAS DEL CENTRO DE

LA CIUDAD DE TRUJILLO”. En la industria cosmética uno de los productos capilares más utilizados es el *shampoo*, cuya función principal es la de limpiar el cabello y el cuero cabelludo, debe ser espumoso para dejar el cabello flexible y presentar un pH y viscosidad adecuados, para el consumidor es importante que la consistencia del *shampoo* sea lo suficientemente viscoso para permanecer en la palma de la mano, este estudio mostró que la calidad organoléptica con respecto al color y olor del *shampoo* para el cabello normal analizados cumplen con los parámetros establecidos según su propiedades fisicoquímicas como son el pH, viscosidad, calidad y estabilidad de la espuma, residuo seco, punto de enturbiamiento y densidad relativa.

Otro estudio de Días y Villafuerte (2012), titulado “ELEMENTOS QUE INFLUYEN LA MEDICIÓN DEL EFECTO DE ELECTROLITOS SOBRE LA EXTENSIÓN DE UNA GOTA DE CHAMPÚ”, sugiere que entre los requisitos necesarios que debe cumplir la formulación de un *shampoo* están tener facilidad para fluir fuera del envase, ser flexible y presentar curvas de temperatura y pH versus viscosidad que sean relativamente planas, es decir, que la viscosidad se mantenga casi constante y no cambie de manera drástica ante variaciones de la temperatura o el pH. Por otra parte, se muestra que la viscosidad aumenta si aumenta la proporción del electrolito en el intervalo de concentración estudiado, esto puede deberse a diversos factores, sin embargo no se ha establecido aún el exacto. Algunos de los elementos que influyen en la viscosidad de las soluciones de tensoactivo son la deshidratación de las cabezas polares y la disminución de las

fuerzas repulsivas de las cabezas polares, que favorecen a la asociación de las moléculas de tensoactivo.

Agiba, et al., (2015), realiza un estudio que tiene como objetivo evaluar factores (tales como pH, la cantidad del modificador reológico y temperatura) que influyen en el *shampoo* y en la estabilidad del ketoconazol. Se observa que con un pH de 6,5 sus características físicas y químicas son buenas. Por otro lado, las formulaciones que contienen 0,1 g de cloruro de sodio muestran una mejor estabilidad y un comportamiento reológico tixotrópico ideal. Además, temperaturas por debajo de 30 °C permiten una estabilidad y viscosidad adecuada, y determina que la estabilidad de la formulación es válida para un tiempo de 18 meses.

Otro estudio relacionado con el comportamiento reológico de Cangussú, et al., (2016), titulado “THE DEVELOPMENT OF DIFFERENT FORMULATIONS CONTAINING 2% CHLORHEXIDINE DIGLUCONATE AND PRELIMINARY EVALUATION OF THE STABILITY OF THE FORMULATIONS.” En el que se analiza el pH, viscosidad y conductividad, en seis formulaciones de *shampoo* que constan de distintas concentraciones de cloruro de sodio, en este caso se observa que el pH es constante en todas las concentraciones. El estudio de estabilidad preliminar realizado en formulaciones con diferentes porcentajes. La hidroxietilcelulosa y el ácido cítrico permitieron la selección de la mejor formulación para el desarrollo de jabón que contiene 2% de digluconato de clorhexidina. Los resultados fueron adecuados y satisfactorios en

el estudio de estabilidad para la formulación F2, que no mostró signos de inestabilidad después de la prueba de centrifugación y la prueba de estrés térmico. Las otras formulaciones mostraron separación de fases.

Un estudio realizado en la Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca, según Gil (2018), titulado “EVALUACIÓN DE MODIFICADORES REOLÓGICOS EN UNA FORMULACIÓN DE SHAMPOO COMO ALTERNATIVA AL USO DE CLORURO DE SODIO”, se pone a prueba algunos modificadores reológicos de origen sintético como el PEG-150 Pentaerythrityl Tetrastearate (and) PEG-6 Caprylic/Capric (and) Aqua, Acrylates Copolymer y Lauryl Lactate que podría tener un efecto similar, sin embargo, se debe realizar un análisis muy detallado para elegir el ideal. De acuerdo con las curvas de viscosidad, se observa que cada modificador reológico actúa de distinta forma; de esta manera se obtienen las concentraciones adecuadas que sirven para la preparación de distintos *shampoos* que presenten una viscosidad similar a los que se encuentran comercializados en el mercado local. La viscosidad varía en distintos porcentajes, sin embargo la sustancia que tuvo un cambio más notable fue el PEG-150 Pentaerythrityl Tetrastearate (and) PEG-6 Caprylic/Capric Glycerides (and) Aqua, el mismo varía en un 20 % después del período de estabilidad.

2.3 Marco conceptual

En la revisión de los estudios antes mencionados se determinaron algunas variables dentro de la investigación que se definirán a continuación.

La pectina es un coloide que tiene la propiedad de absorber una gran cantidad de agua. Pertenece al grupo de los polisacáridos y se encuentra en la mayoría de las frutas como naranja, toronja, limón, chirimoya como es el caso de esta investigación; la pectina se deposita principalmente en la pared primaria y en la lámina media, encontrándose en los tejidos mesenquimáticos y parenquimáticos particularmente (Vasquez, et al, 2008).

Por otro lado, extracción hace referencia a la obtención de una sustancia que estaba contenida en un cuerpo; para la extracción de la pectina se emplea tejido vegetal, mediante el uso de reactivos, disolventes y equipos que no dejen residuos tóxicos en el producto final. (Masmoudi et al., 2008). Para este fin hay diversas técnicas como:

- Métodos fisicoquímicos: se extrae la protopectina de las plantas, se utiliza un agente quelante para remover los cationes que constituyen a los ácidos pécticos (Ueno et al., 2008).
- Hidrolisis ácida: proceso que se lleva a cabo a temperaturas cercanas a los 90°C por una hora aproximadamente en un medio ácido (Fishman y Cooke, 2009).

- Hidrolisis ácida asistida por microondas: procedimiento de hidrolisis ácida asistido por microondas, en el que se extrae un producto en menor tiempo, con mejor calidad y rendimiento (Fishman, et al., 2000).

La calidad de la pectina se determina por sus propiedades fisicoquímicas como son:

- Acidez libre: Cantidad de ácidos fuertes en el agua, generalmente expresada en miliequivalentes de una base fuerte, necesarios para neutralizar una muestra de un litro de agua, utilizando, por ejemplo, rojo de metilo como indicador (Barreto, 2017).
- Porcentaje de metóxilo: es un grupo funcional que consiste en un grupo metilo unido a un oxígeno, determina la facilidad de la pectina para formar geles.
- Ácido galacturónico: monosacárido correspondiente a la forma oxidada de la D-galactosa. Es el principal componente de las pectinas.
- Grado de esterificación: proceso por el cual se sintetiza un éster. Un éster es un compuesto derivado formalmente de la reacción química entre un oxácido y un alcohol (Pagan, 1998).

Por otra parte, el *shampoo*, producto para el cuidado del cabello, usado para limpiarlo de suciedad, la grasa formada por las glándulas sebáceas, escamas de piel y

en general partículas contaminantes que gradualmente se acumulan en el cabello. Debe cumplir con algunas características que serán descritas a continuación.

- Detergencia: es la remoción de material no deseado de un sustrato sumergido en cierto medio, generalmente con el uso de una fuerza mecánica y en presencia de una sustancia química que puede reducir la adherencia del material no deseado al sustrato.
- Viscosidad: valores que determinan el movimiento que tiene un determinado líquido o fluido bajo condiciones específicas.
- pH: Es una medida de acidez o alcalinidad que indica la cantidad de iones de hidrógeno presentes en una solución o sustancia.

En cuanto a la reología que es la ciencia que estudia la viscosidad, la plasticidad, la elasticidad y el derrame de materia, debemos tener en cuenta los fluidos que es una sustancia que se deforma continuamente cuando se somete a una tensión de cortadura, por muy pequeña que sea. Los fluidos pueden ser:

- Fluidos newtonianos: en estos fluidos la formación de curvas se da con relación del esfuerzo cortante y la velocidad de deformación de la muestra, la viscosidad se puede considerar una constante con respecto al tiempo (Moot, 1996).

- Fluidos no Newtonianos: Son aquellos que no tienen una viscosidad definida y constante, y que varía en función de la temperatura y fuerza cortante a la que esté sometido. en el estudio se observó que el fluido que se tiene es un pseudoplástico que se reduce con el incremento de la velocidad de corte; estos fluidos exhiben un comportamiento de tipo de fluidificación por esfuerzo cortante (Moot, 1996).

Otro aspecto importante son los modelos reológicos, estos son una expresión matemática empírica que relaciona el esfuerzo cortante τ (shear stress) con la rapidez de deformación $\dot{\delta}$ (shear rate). Entre los empleados en la investigación tenemos el modelo Power Law, el mismo que es similar al modelo Newtoniano, sin embargo, la velocidad de deformación se encuentra elevada a una potencia que posee un índice no Newtoniano (Goubergrits et al., 2008). Otro modelo es el IPC Paste, que presenta un patrón de comportamiento que depende tanto del esfuerzo cortante así como del tiempo, esto significa que la viscosidad y el flujo dependen de la duración y las condiciones de medición. Si la viscosidad disminuye a medida que la deformación va evolucionando, entonces el material presenta una tixotropía positiva (Johnston, et al., 2004).

Capítulo 3

Materiales y métodos

3.1 Tipo y diseño de investigación

El nivel de investigación del presente estudio es descriptiva correlacional en donde se observa el comportamiento de la variable de viscosidad con la velocidad de cizallamiento, concentración de la sustancia, el tiempo de almacenamiento y el pH tanto del cloruro de sodio como la pectina; además tendrá un enfoque cuantitativo, ya que se analiza y se interpreta los datos numéricos de las curvas de viscosidad que se consiguen a partir de ensayos en un viscosímetro.

El diseño de investigación es combinado ya que utilizaremos el documental mediante la revisión bibliográfica en tesis, libros y artículos científicos, además se pondrá en práctica el diseño de campo para obtener datos sin manipular ninguna de las variables es decir no se alterará ninguna de las condiciones existentes.

3.2 Población y muestra

La población de esta investigación es accesible, ya que estamos trabajando con la chirimoya y se va a tomar una porción finita de población a la que tenemos acceso, seleccionando las que poseen características adecuadas para nuestro estudio. Se consideró el terreno cultivable de $2400m^2$ que pertenece a Luz María Tocachi Samaniego, en el cantón Sigsig de la provincia del Azuay en la parroquia

Pamarcay, en el cual un 30% corresponde a árboles de chirimoya (*Annona cherimola*).

Se realizó un muestreo no probabilístico por cuotas ya que se desconoce la probabilidad que tienen los elementos para formar la muestra. Para la selección de la fruta se tomó en cuenta características como la madurez y el tamaño de la chirimoya.

3.3 Variables

Las variables que se plantearon son cuantitativas ya que se manejan datos numéricos, además de ser continuas ya que se manipulan valores con decimales como la viscosidad, pH.

3.3.1 Variable dependiente.

La variable dependiente en este trabajo de investigación es la viscosidad de la formulación de *shampoo*.

3.3.2 Variable independiente.

En el estudio las variables independientes son la velocidad, el tiempo de almacenamiento, pH.

3.3.3 Variable interviniente.

Una de las variables intervinientes que se encuentra en la investigación es el método de la extracción de la pectina ya que se empleara una sola variedad de fruta, otra variable la temperatura en el proceso de medición de la viscosidad.

3.3.4 Variables extrañas.

Uno de los factores que no podemos controlar es la temperatura del laboratorio y la misma puede afectar con los resultados obtenidos en la investigación.

3.4 Técnicas e instrumentos para la recolección de datos

Las técnicas e instrumentos en la recolección de datos para el presente trabajo de investigación son los siguientes: se utiliza el análisis documental de tesis, libros, revistas científicas, entre otros; y un análisis de contenido donde se tomó lo capítulos más importantes de la bibliografía revisada; para la recolección de información se utiliza dispositivos electrónicos y unidades de almacenaje. La observación es otra técnica que se utiliza en el laboratorio, y los instrumentos para registrar esta información son una cámara fotográfica y la bitácora.

3.5 Técnicas de procesamiento y análisis de datos

Para la revisión de los datos recolectados y obtención de resultados se utiliza un análisis estadístico descriptivo, ya que se representarán mediante el uso de tablas y gráficos. Posteriormente se observará el comportamiento de la viscosidad y la velocidad con los modelos matemáticos estandarizados en la reología donde se establecen cinco métodos; se aplicará una regresión lineal en el caso de la viscosidad con la concentración del modificador reológico, y una regresión lineal múltiple para los datos con respecto a la viscosidad con el tiempo de almacenamiento y pH.

3.6 Procedimientos

3.6.1 Obtención y caracterización de la pectina.

3.6.1.1 Extracción de la pectina.

3.6.1.1.1 Hidrólisis ácida.

Se procede a lavar y pelar las chirimoyas, separando de esta manera la pulpa de la fruta con su corteza, luego se pesa 200 g de cáscara y se adiciona 400g de agua destilada; se calienta a 90 °C por 20 minutos para la desactivación enzimática.

Se tamiza y tritura la cáscara de la chirimoya y se adiciona 150g de una solución de ácido cítrico al 30%, posteriormente se calenta a 85°C durante 60 minutos.

3.6.1.1.2 *Filtración.*

Se filtra la solución con la ayuda de un filtro de tela, con la intención de separar la fase sólida de la fase líquida. La hidrólisis se puede repetir con el material sólido para mejorar el rendimiento de la extracción.

3.6.1.1.3 *Concentración.*

La concentración es un proceso que tiende a oscurecer la pectina, debido a que se pretende disminuir el uso de etanol, se realiza a presión reducida con temperaturas bajo los 60°C.

3.6.1.1.4 *Precipitación.*

En este proceso se recomienda usar alcoholes ya que en alimentos y en cosméticos se debe evitar residuos, sin embargo, si se usa sales se debe realizar un lavado muy cuidadoso.

El alcohol empleado en este proceso es el etanol absoluto ya que es el más recomendable para las pectinas, es muy importante tomar en cuenta el grado

alcohólico ya que mientras más bajo sea el rendimiento se reducirá notablemente su efectividad.

3.6.1.1.5 Lavado.

Para obtener una pectina de mejor calidad sin la presencia de una elevada cantidad de residuos se recomienda realizar varios lavados con alcohol que se lleva a cabo disolviendo la pectina en un medio ácido y precipitándola con etanol y posteriormente filtrarla con papel filtro.

3.6.1.1.6 Secado.

El secado se realiza a temperaturas menores a 40°C en una corriente de aire caliente por aproximadamente 12 horas, también se puede realizar al aire libre por varios días. En el caso de utilizar una estufa el color de la pectina tiende a oscurecerse.

3.6.1.1.7 Molienda.

En este paso se utiliza un mortero, se tritura hasta obtener un polvo fino.

3.6.1.1.8 Almacenamiento.

Se debe almacenar en recipientes herméticos y en un lugar seco, se recomienda colocarla en gel de sílice ya que de esta manera se conserva seca y se evita su contaminación.

3.6.1.2 Identificación de la pectina.

Se pesa la muestra en proporción 1 - 6 con agua destilada, se deja hervir durante una hora cubriendo con una luna de reloj. Filtramos el líquido obtenido y concentramos si fuese necesario.

Colocamos 1 mL del líquido obtenido en 4 tubos de ensayo; en el primer tubo se coloca hidróxido de Bario 3N y debe formarse un precipitado blanco. En el segundo tubo se coloca Hidróxido de sodio 3N y se debe formar un precipitado amarillo. En el tercer tubo en cambio se pone etanol y se debe formar un gel incoloro. Por último, en el cuarto tubo colocamos acetona y se formará un gel incoloro.

3.6.1.3 Determinación del peso equivalente y acidez libre.

Para la determinación del peso equivalente y acidez libre se coloca en un matraz 5 g de pectina de la cáscara de la chirimoya con 5 mL de etanol, se le adiciona 100 mL de agua destilada, se homogeniza y se agrega 6 gotas del

indicador de pH rojo fenol, se titula con NaOH 0.1 N hasta que se observe un color rosa en la muestra.

3.6.1.4 *Porcentaje de metoxilo, grado esterificación y porcentaje de anhídrido galacturónico.*

Para este proceso se toma la solución anterior y se adiciona 25 mL de NaOH 0.25N se deja por 30 minutos, y se agrega 25 mL de HCl 0.25N. Posteriormente se realiza una titulación ácido-base hasta obtener un pH de 7,5 o un color rojo por al menos 20 segundos

3.6.1.5 *Grado de gelificación.*

Se toma seis vasos de precipitación de 250 mL y se coloca pectina desde 0.4 g hasta 1.4 g, se agrega 50 mL de agua destilada y se calienta hasta que la pectina se haya disuelto por completo. Se adiciona 100 g de azúcar mediante agitación hasta que se homogenice, se agrega agua destilada hasta llegar a un peso de 150 g todas las muestras se deja por 24 horas y se mide los grados BRIX.

3.6.2 *Curvas de viscosidad.*

Para elaborar las curvas de viscosidad se debe formular una base de *shampoo* para colocar el modificador reológico en diversas concentraciones.

3.6.2.1 *Formulación de shampoo.*

Se coloca el lauril éter sulfato de sodio con agua destilada se agita por 10 min, y se añade la cocobetamina, DEA, metilparabeno, se agita hasta obtener una mezcla homogénea.

Tabla 1 Formulación de shampoo

Formulación de Shampoo	
Lauril éter sulfato de sodio	10 %
Agua	CSP 100
Cocobetamina	4 %
Cocamide DEA	2 %
Metilparabeno	0,4 %
Agente reologico	4 %

Fuente: Autor

3.6.2.2 *Modificador reológico.*

Se añade a la base de *shampoo* el modificador reológico (cloruro de sodio y pectina de la cáscara de chirimoya) en diferentes concentraciones como se muestra en la siguiente tabla.

Tabla 2 Porcentaje de modificador reológico

Muestra	Porcentaje modificador reológico	Gramos de modificador reológico en 100 g
1	0,3 %	0,03 g
2	0,6 %	0,06 g
3	0,9 %	0,09 g
4	1,2 %	0,12 g
5	1,5 %	0,15 g
6	1,8 %	0,18 g
7	2,1 %	0,21 g
8	2,4 %	0,24 g
9	2,7 %	0,27 g
10	3 %	0,30 g
11	3,3 %	0,33 g
12	3,6 %	0,36 g
13	4 %	0,40 g

Fuente: Autor

3.6.2.3 *Determinación de viscosidad.*

Se realiza entre dos productos, uno con contenido de cloruro de sodio y otro con contenido de pectina extraída de la chirimoya, se utiliza un viscosímetro rotatorio,

se determina el número de rotor a utilizarse en función a la lectura que se va a realizar de muestra y se determina la viscosidad a una temperatura de 30°C.

3.6.2.3.1 *Curvas de comportamiento reológico con variación de velocidad.*

Se coloca en el viscosímetro rotatorio las muestras. Se hace correr cada una de las muestras tanto con el cloruro de sodio, como las que contienen pectina de la cáscara de la chirimoya, de 0,01 a 250 rpm durante 30 min.

3.6.2.3.2 *Curvas de comportamiento reológico con variación de concentración.*

Se coloca en el viscosímetro las muestras con diferente concentración y se hace correr a velocidad constante por 2 min.

3.6.2.3.3 *Curvas de comportamiento reológico por tiempo almacenamiento.*

Se coloca cada una de las muestras en el viscosímetro rotatorio por 5 días a la misma hora, se hace correr las muestras a una velocidad constante durante 2 min.

3.6.2.3.4 *Curvas de comportamiento reológico con variación de pH.*

Se toman las muestras que tenga una viscosidad adecuada, se modifica el pH a 5, 6, 7, 8 y 9; y se hacen correr las muestras a una velocidad constante por 2 min.

3.6.2.4 *Determinación de la altura de espuma.*

Preparar una solución al 10 % con agua destilada., se coloca 5 mL de la solución en un tubo de ensayo se tapa y agita durante 1 minuto. Se realiza la lectura en 1 minuto y 5 minutos y se mide la espuma formada con cada una de las muestras.

Capítulo 4

Resultados y Discusión

4.1 Obtención y caracterización de la pectina

4.1.1 Extracción de la pectina.

La tabla 3 muestra el rendimiento de la pectina extraída de la cáscara de la chirimoya en muestras de 200g. La pectina seca presenta un rendimiento del 1.81%.

Tabla 3 Rendimiento de la cáscara de la chirimoya

# Muestra	Cáscara Chirimoya	Muestra húmeda	Muestra seca	Rendimiento
1	200 g	40,20 g	2,20 g	1,10 %
2	200 g	41,09 g	2,50 g	1,25 %
3	200 g	39,13 g	2,15 g	1,08 %
4	200 g	39,46 g	2,20 g	1,10 %
5	200 g	43,33 g	2,83 g	1,42 %
6	200 g	39,82 g	2,29 g	1,15 %
7	200 g	42,95 g	3,21 g	1,61 %
8	200 g	44,36 g	3,59 g	1,80 %
9	200 g	43,95 g	3,40 g	1,70 %
10	200 g	55,10 g	4,23 g	2,12 %
11	200 g	58,95 g	4,52 g	2,26 %
12	200 g	42,51 g	3,45 g	1,73 %
13	200 g	30,91 g	2,34 g	1,17 %
14	200 g	58,93 g	4,67 g	2,34 %
15	200 g	47,66 g	4,32 g	2,16 %
16	200 g	48,58 g	4,43 g	2,22 %
17	200 g	29,31 g	2,45 g	1,23 %
18	200 g	46,58 g	3,89 g	1,95 %
19	200 g	51,25 g	4,52 g	2,26 %
20	200 g	36,37 g	2,89 g	1,45 %
PROMEDIO	200 g	45,15 g	3,61 g	1,81 %

Fuente: Autor

El rendimiento de pectina de la chirimoya es menor comparado con otro extracto como la cascarilla de cacao que es de 8.8%, esto implica que el costo de extracción de pectina de la cáscara de la chirimoya es mayor, pudiendo ser significativo en extracciones a gran escala (Suarez & Orozco, 2014).

4.1.2 Caracterización de la pectina.

4.1.2.1 Identificación de la pectina.

La tabla 4 muestra las sustancias utilizadas para la identificación de la pectina con los resultados que se esperan obtener versus los obtenidos una vez realizado el ensayo, es importante recalcar que la muestra previa al ensayo se presenta en estado líquido con apariencia amarillenta.

Tabla 4 Identificación de la pectina

SUSTANCIA APLICADA	RESULTADO ESPERADO	RESULTADO OBTENIDO
Hidróxido de Sodio	Cambio de color	Color café oscuro
Hidróxido de Bario	Color blanco	Color blanco
Acetona	Formación de Gel	Formación de gel
Etanol	Formación de Gel	Formación de gel

Fuente: Autora

Siguiendo el proceso descrito en la metodología, al aplicar hidróxido de sodio la muestra cambia de amarillo a café oscuro, por otro lado, al utilizar hidróxido de bario la misma se torna a un color blanco; cuando se aplica acetona y etanol se evidencia la formación de gel en la muestra.

4.1.2.2 *Determinación del peso equivalente y acidez libre.*

Mediante una titulación ácido-base, se determinaron los valores de acidez libre y el peso equivalente de la pectina extraída de la cáscara de la chirimoya, los resultados obtenidos se muestran en la tabla 5.

Tabla 5 Peso equivalente y acidez libre

# Muestra	Temperatura de extracción	Tiempo de extracción	Peso equivalente PE (Pectina mg y meq NaOH)	Acidez libre Al (meq carboxilos libres y g pectina)
1	90 °C	60 min	2564,10	0,39
2			2497,50	0,40
3			2457,01	0,41
Promedio			2506,20	0,40

Fuente: Autora

Se puede observar que las muestras de pectina presentan distintas características. Se obtuvo un promedio de 2506,2mg/meq del peso equivalente, este valor es mayor al obtenido por otro estudio que usa la cascarilla de cacao para la extracción, reportando valores del peso equivalente promedio de 2334,84 mg/meq

(Suarez, 2014), además en otro estudio, usando en este caso la guayaba, se presentan valores similares comprendidos entre 2512,5 - 2583,33 mg/meq (Chasín et al, 2010).

La pectina tuvo un promedio de 0,4 meq/g de Acidez Libre que son los radicales carboxilo que se encuentran libres en la cadena de pectina de la misma, este valor fue muy cercano al obtenido en el análisis de pectina extraída de la cáscara de cacao, donde se reporta un valor de 0,426 meq/g (Suárez & Orozco, 2014).

4.1.2.3 Porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de anhídrido galacturónico

La tabla 6, muestra los resultados del análisis del contenido de metoxilo, ácido galacturónico y grado de esterificación.

Tabla 6 Porcentaje de metoxilo, grado de esterificación y porcentaje de anhídrido galacturónico

Temperatura de extracción	Tiempo de extracción	Contenido de Metoxilo %MET	Contenido de ácido D-Galacturónico %AG	Grado de esterificación %EST
90 °C	60 min	3,31	25,86	72,3
		3,28	23,58	70,7
		3,34	26,01	72,6
Promedio		3,31	25,15	71,87

Fuente: Autora

Se presenta un promedio de 3.31% de contenido de metoxilo, indicando así que la pectina extraída es de bajo contenido de metoxilo (inferior al 7%), además se presentan valores de 71,87% y 25,15% para el grado de esterificación y contenido de ácido galurónico respectivamente, este último permite determinar la calidad de la pectina, es decir que entre mayor es el porcentaje mayor será la pureza, en este caso se puede observar que se trata de una pectina con muchas impurezas; estos valores vienen a ser similares a los obtenidos en la extracción de pectina de la cáscara de cacao, siendo 72,6% el grado de esterificación y 28.84% de contenido de ácido galurónico (Suárez & Orozco, 2014).

4.1.2.4 Grado de gelificación.

Para poder realizar los ensayos de gelificación se usan muestras con pH igual a 3.5, pectina entre 0.2 a 1.5% y 65° Brix. La Tabla 7 muestra los resultados obtenidos de la gelificación.

Tabla 7 Grado de gelificación

ENSAYO	GRAMOS DE PECTINA	GRADO DE GELIFICACIÓN
1	0,4	240
2	0,6	180
3	0,8	119
4	1,0	96
5	1,4	65

Fuente: Autora

Se puede observar que los datos de gelificación obtenidos son similares a los presentados en el ensayo a pectina de cáscara de cacao (Suárez & Orozco, 2014), además, en ninguna muestra existió una correcta gelificación, esto se debe a que la pectina de este estudio es de bajo metoxilo.

4.2 Determinación de viscosidad y altura de espuma

4.2.1 Curvas de comportamiento reológico con variación de velocidad.

La ilustración 10, muestra el comportamiento de la viscosidad del cloruro de sodio (a distintas concentraciones) al variar la velocidad de 0 a 250 RPM; se puede observar que mientras más alta sea la concentración el fluido será más viscoso, sin embargo, al tener un comportamiento no newtoniano, si aumentamos la velocidad de ensayo del viscosímetro la viscosidad disminuye considerablemente. Se determina que el modelo matemático que sigue es el Power Law y el IPC Paste los mismo que indican que se comporta como un fluido no newtoniano pseudoplástico.

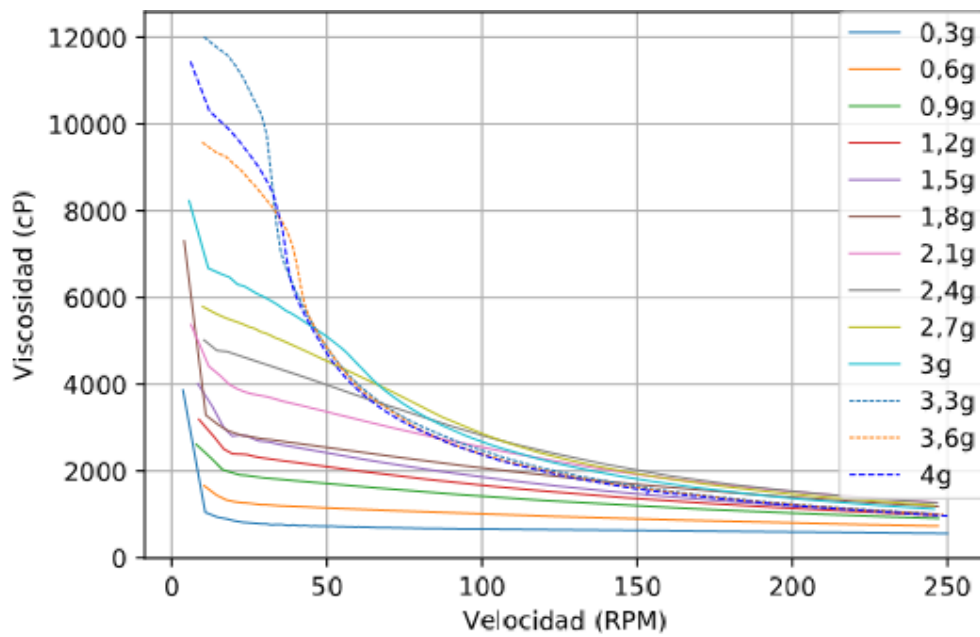


Ilustración 10 Gráfica de comportamiento reológico con respecto a la velocidad - cloruro de sodio.

Fuente: Autor

Al igual que la gráfica anterior, la ilustración 11 muestra el comportamiento de la viscosidad al variar la velocidad del mismo, de la misma forma es importante acotar que mientras más alta sea la concentración de pectina el fluido tendrá mayor viscosidad, la misma que disminuye al aumentar la velocidad. De igual manera se comporta según los modelos matemáticos Power Law y el IPC tiene un comportamiento no newtoniano pseudoplástico.

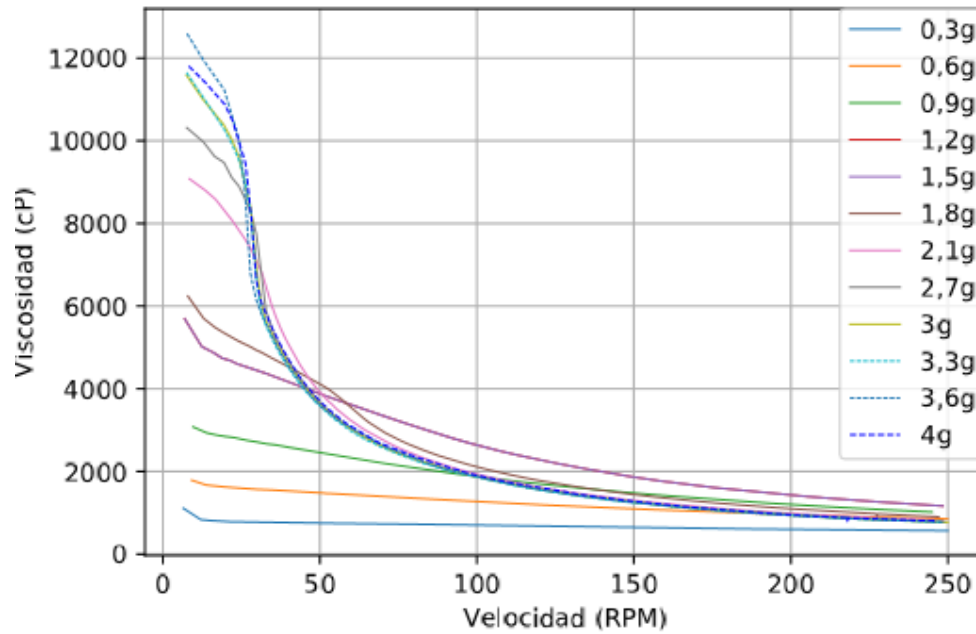


Ilustración 11 Gráfica de comportamiento reológico con respecto a la velocidad-Pectina

Fuente: Autor

Se puede apreciar que el comportamiento de la viscosidad del fluido con distintas concentraciones de pectina presenta un comportamiento similar al fluido con distintas concentraciones de cloruro de sodio, además se aprecia que las dos sustancias siguen los mismos modelos matemáticos Power Law y el IPC Patse que demuestran que son fluidos no newtonianos pseudoplásticos.

4.2.2 Curvas de comportamiento reológico con variación de Ph.

Previo al ensayo de las muestras, la formulación base presenta un pH de 8.5, al agregarse distintas concentraciones de cloruro de sodio esta no presenta variación de su pH por lo que se utiliza ácido cítrico y bicarbonato de sodio respectivamente

para aumentar o reducir el mismo. La ilustración 12 muestra un comportamiento inversamente proporcional entre el pH y la viscosidad de las muestras con distintas concentraciones de NaCl, es decir, si este aumenta entonces la viscosidad disminuirá, y si disminuye entonces la viscosidad aumenta.

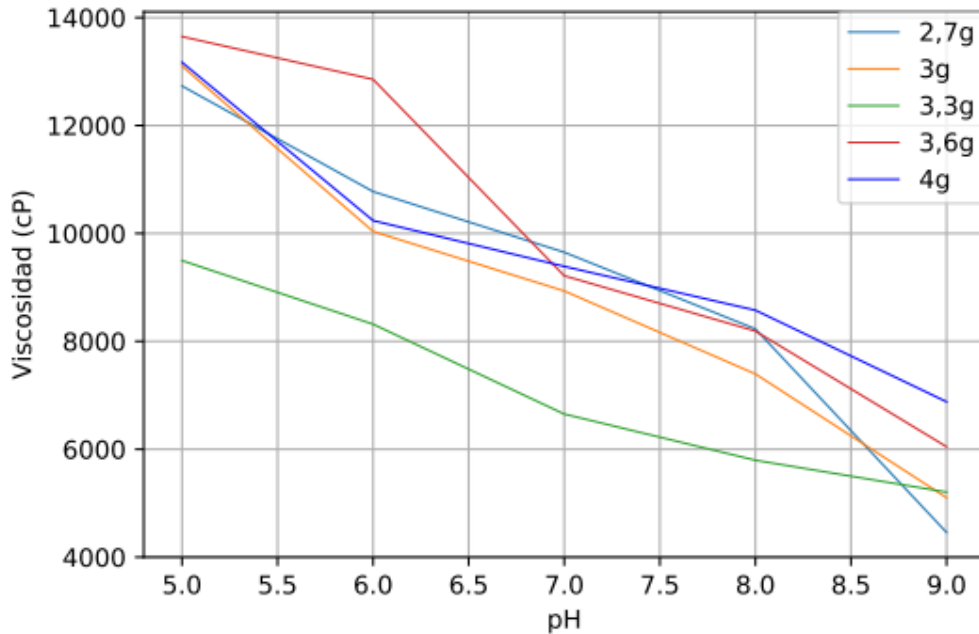


Ilustración 12 Comportamiento reológico con variación de pH - Cloruro de sodio

Fuente: Autor

La pectina extraída presenta un pH igual a 3 y al utilizar distintas concentraciones de esta en la formulación base tiene un comportamiento muy parecido a las muestras ensayadas con cloruro de sodio; de la misma manera se utiliza ácido cítrico para aumentar la acidez y bicarbonato de sodio para disminuirla.

La ilustración 13 muestra que el pH y la viscosidad son inversamente proporcionales también para muestras ensayadas con distintas concentraciones de pectina, es decir si la una aumenta la otra disminuye.

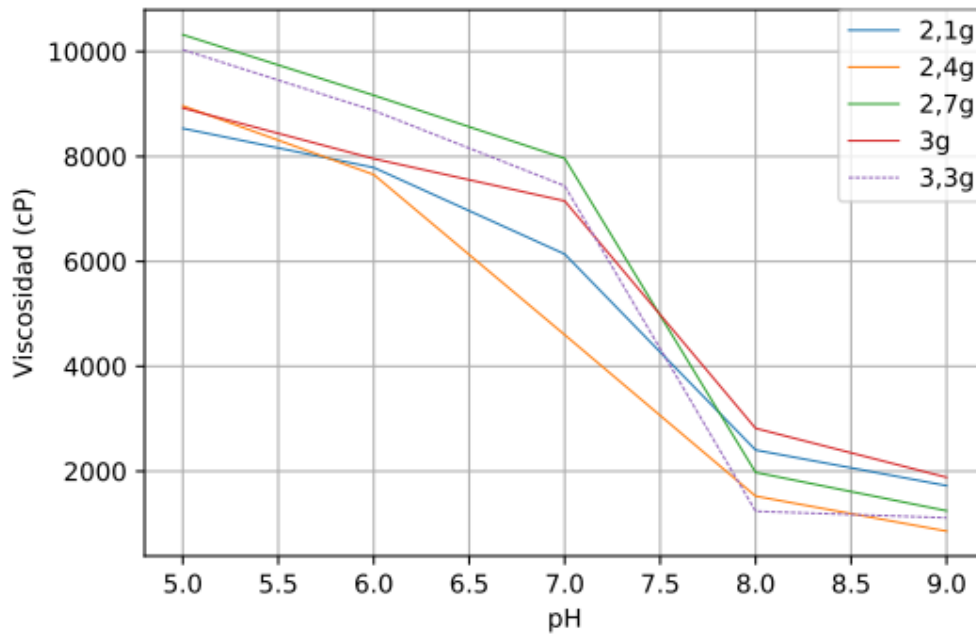


Ilustración 13 Comportamiento reológico con variación de pH- pectina

Fuente: Autor

Luego de realizar una regresión lineal múltiple, usando la concentración de cloruro de sodio y el pH como variables independientes, se presentan valores de 0.894, 0.799 y 0.781 para el coeficiente de correlación múltiple, coeficiente de determinación (R^2) y R^2 ajustado respectivamente. Esto indicando así que ambas variables presentan una relación con la viscosidad que presenta el *shampoo*. La ecuación del modelo de ecuación lineal que se ajusta de mejor manera es la siguiente:

$$Y = 139893765 + 35038561,7X_1 + 174932326X_2$$

Cuando se realiza una regresión lineal múltiple, tomando al pH y la concentración de pectina como variables independientes, el coeficiente de correlación múltiple, coeficiente de determinación y coeficiente de determinación ajustado, obtienen valores de 0.943, 0.89 y 0.88 respectivamente. La viscosidad del *shampoo* tiene alta influencia de las variables dependientes en su comportamiento. La ecuación del modelo de ecuación lineal es la siguiente.

$$Y = 19445,58 - 2227,78X_1 + 622,70X_2$$

4.2.3 Curvas de comportamiento reológico con variación de concentración.

La ilustración 14 muestra la variación de la viscosidad en la muestra de *shampoo* si se aumenta o disminuye la concentración de cloruro de sodio, se puede observar que al ensayar con una concentración inicial de 0,3% existe una viscosidad de 1044.729 cP y si se aumenta la misma hasta 4%, la viscosidad también aumenta hasta 7240.446 cP.

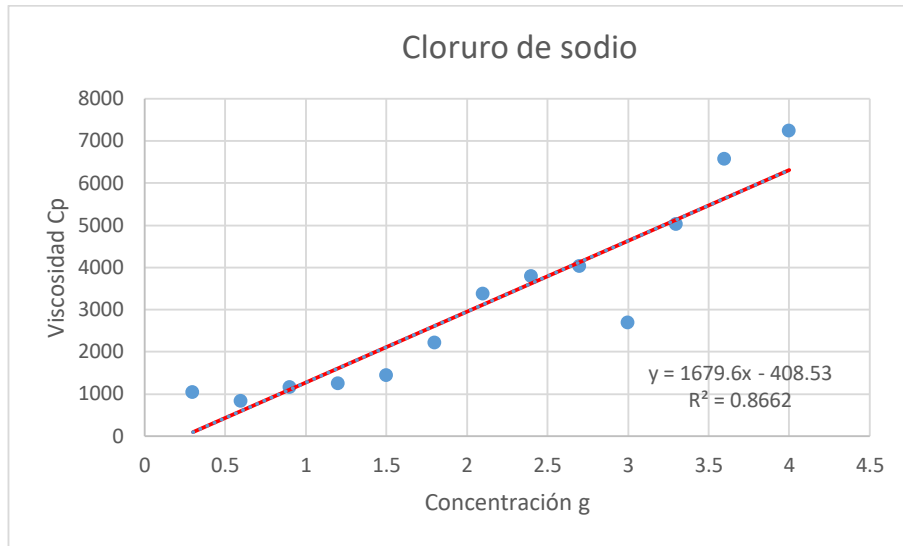


Ilustración 14 Gráfica de comportamiento reológico con variación de concentración cloruro de sodio.

Fuente: Autor

Por otro lado, la ilustración 15, muestra la variación que existe en la viscosidad con respecto a la concentración de pectina en la muestra de *shampoo*; se observa que para una concentración inicial de 0.3% la viscosidad presenta un valor de 1177.177cP, y para una concentración de 4% la viscosidad es igual 11043.359cP.

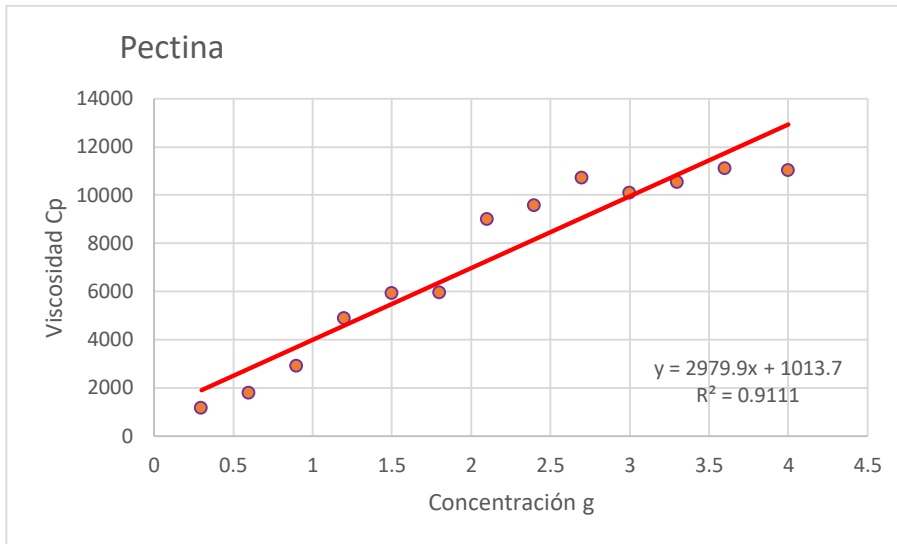


Ilustración 15 Gráfica de comportamiento reológico con variación de concentración pectina

Fuente: Autor

Se puede observar que la viscosidad tanto para muestras de *shampoo* con distintas concentraciones de cloruro de sodio, así como de distintas concentraciones de pectina presenta un comportamiento similar, esto significa que son directamente proporcionales, si aumentamos la concentración de cloruro de sodio o pectina entonces la viscosidad también aumentará.

4.2.4 Curvas de comportamiento reológico del tiempo de almacenamiento.

Una vez que se realizó el ensayo diario de todas las muestras (a la misma hora y con las mismas condiciones ambientales), se obtuvo la ilustración 16 y la ilustración

17, para fluidos con concentraciones de cloruro de sodio y de pectina respectivamente. En la primera gráfica se puede observar que para concentraciones de hasta 2.7% de NaCl no existe una variación notable de la viscosidad, lo mismo que cambia a partir de concentraciones de 3% en donde se nota que con el paso de los días la viscosidad varía, esto puede deberse a que al tener una viscosidad elevada y estar en agitación diaria la formulación del *shampoo* pierde estabilidad.

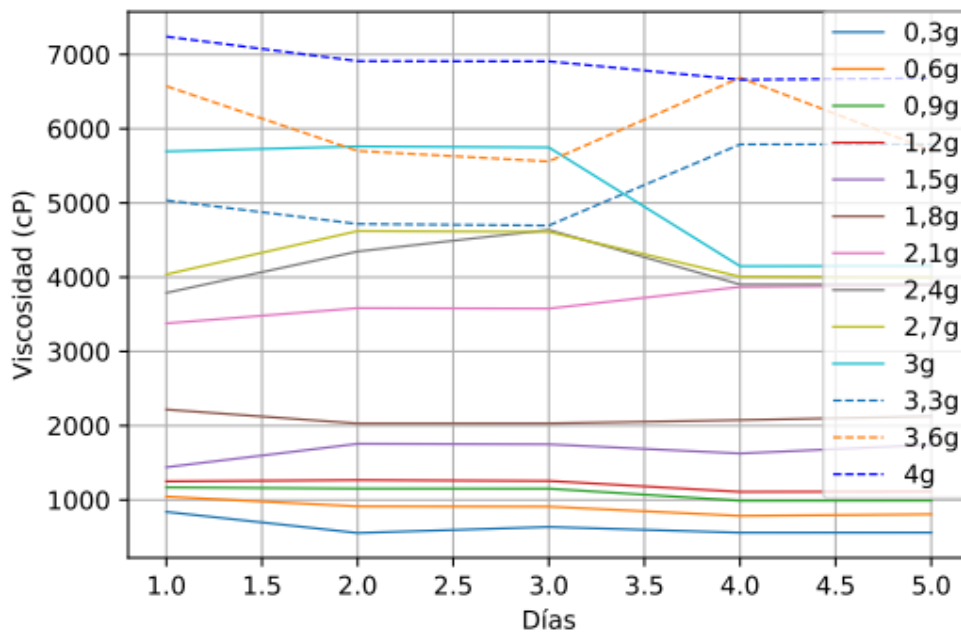


Ilustración 16 Gráfica de comportamiento reológico tiempo de almacenamiento del cloruro de sodio.

Fuente: Autor

Por otra parte, en la ilustración 17 se observa que en la muestra con concentraciones de pectina de hasta 2.1% la viscosidad se mantiene sin un cambio relevante, pero al aumentarla hasta 4% presenta variación en la viscosidad, sin embargo, la misma se estabiliza a partir del tercer día de ensayo, esto puede deberse a que la formulación del *shampoo* tarda en estabilizarse ya que el pH es ácido por el

aumento de concentración de pectina lo que genera el retraso en la consistencia del mismo.

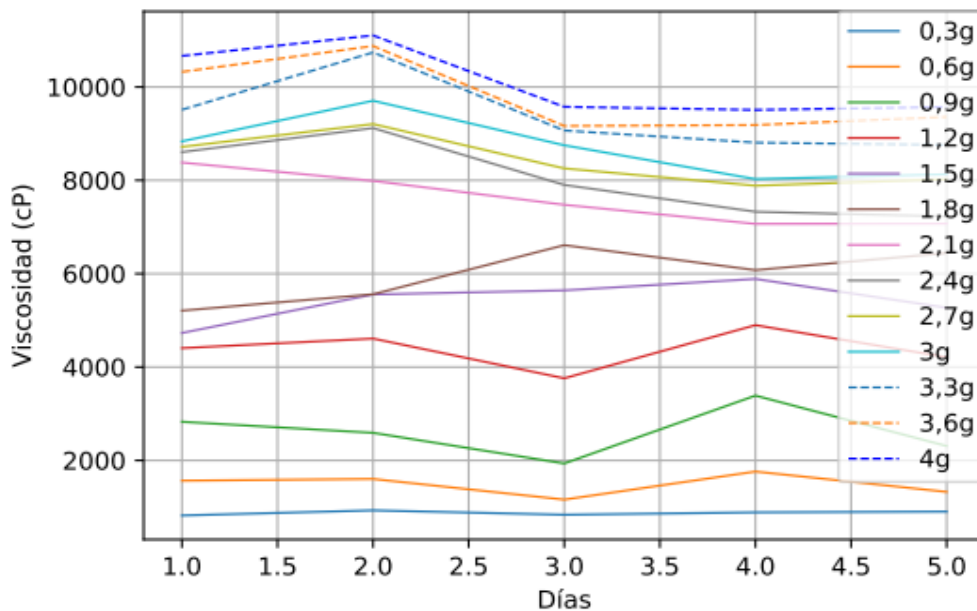


Ilustración 17 Gráfica de comportamiento reológico del tiempo de almacenamiento de la pectina

Fuente: Autor

Tras realizar una regresión lineal múltiple tomando como variables independientes a la concentración cloruro de sodio y al tiempo de almacenamiento del *shampoo*, y como variable dependiente a la viscosidad, se obtuvo el coeficiente de correlación múltiple, coeficiente de determinación (R^2) y R^2 ajustado con valores de 0.972, 0.945 y 0.943 respectivamente, lo que significa que las variables independientes están fuertemente relacionadas a la dependiente, demostrando así que la concentración y el tiempo de almacenamiento son altamente influyentes en la viscosidad del *shampoo*.

La ecuación del modelo de regresión lineal múltiple obtenido se presenta a continuación.

$$Y = 268000699 + 15436832,4X_1 + 283437532X_2$$

De la misma forma, tomando como variables independientes a la concentración de la pectina y el tiempo de almacenamiento, se realiza la relación lineal obteniendo valores de 0.959, 0.92, 0.917 para el coeficiente de correlación múltiple, R^2 y R^2 ajustado con valores de correlación múltiple respectivamente, una vez más indicando que las variables independientes mencionadas son altamente influyentes sobre la viscosidad.

De la misma manera, se presenta la ecuación de regresión lineal múltiple.

$$Y = 576526753,6 + 50099783,3X_1 + 626626536,9X_2$$

4.2.5 Determinación de la altura de espuma.

A pesar de que la espuma no es un indicador de calidad en productos de limpieza, para el consumidor final es importante que un *shampoo* presente la misma y que tenga buena consistencia; para esto se agitó una muestra con distintas concentraciones de cloruro de sodio. La Tabla 8 muestra la altura de espuma luego de agitar la muestra por 1 minuto y 5 minutos.

Tabla 8 Altura de la espuma shampoo con cloruro de sodio

# Muestra	Concentración	1 minuto	5 minutos
1	0,3	7,5 cm	7 cm
2	0,6	9 cm	8 cm
3	0,9	8,5 cm	8 cm
4	1,2	9 cm	7,2 cm
5	1,5	10 cm	9,5 cm
6	1,8	9,8 cm	8,3 cm
7	2,1	9,5 cm	8,5 cm
8	2,4	9 cm	8,8 cm
9	2,7	9,5 cm	9,5 cm
10	3	8,2 cm	7 cm
11	3,3	9,2 cm	9 cm
12	3,6	10,2 cm	8 cm
13	4	8,7 cm	8 cm
Promedio		9,08 cm	8,21 cm

Fuente: Autor

De la misma manera se realiza el ensayo para un *shampoo* con distintas concentraciones de pectina extraída, la Tabla 9 muestra los resultados obtenidos para este caso.

Tabla 9 Altura de la espuma shampoo con pectina

# Muestra	Concentración	1 minuto	5 minutos
1	0,3	9,3 cm	8 cm
2	0,6	9,2 cm	8,4 cm
3	0,9	9,2 cm	7 cm
4	1,2	8,1 cm	7,2 cm
5	1,5	9 cm	7,1 cm
6	1,8	8,5 cm	8,1 cm
7	2,1	8,9 cm	8 cm
8	2,4	8,9 cm	8,5 cm
9	2,7	8,3 cm	7 cm
10	3	7,5 cm	7 cm
11	3,3	8,5 cm	7,5 cm
12	3,6	9,2 cm	9 cm
13	4	8,7 cm	8 cm
Promedio		8,71 cm	7,75 cm

Fuente: Autor

La ilustración 18 muestra que la altura de espuma presentada por la solución con cloruro de sodio agitado por 1 minuto es superior a la altura de espuma de la pectina agitada en el mismo intervalo de tiempo, por otra parte, si se modifica el tiempo de agitación a 5 minutos se mantiene el mismo comportamiento y el *shampoo* con cloruro de sodio presenta también una mejor altura de espuma que la solución con la pectina extraída.

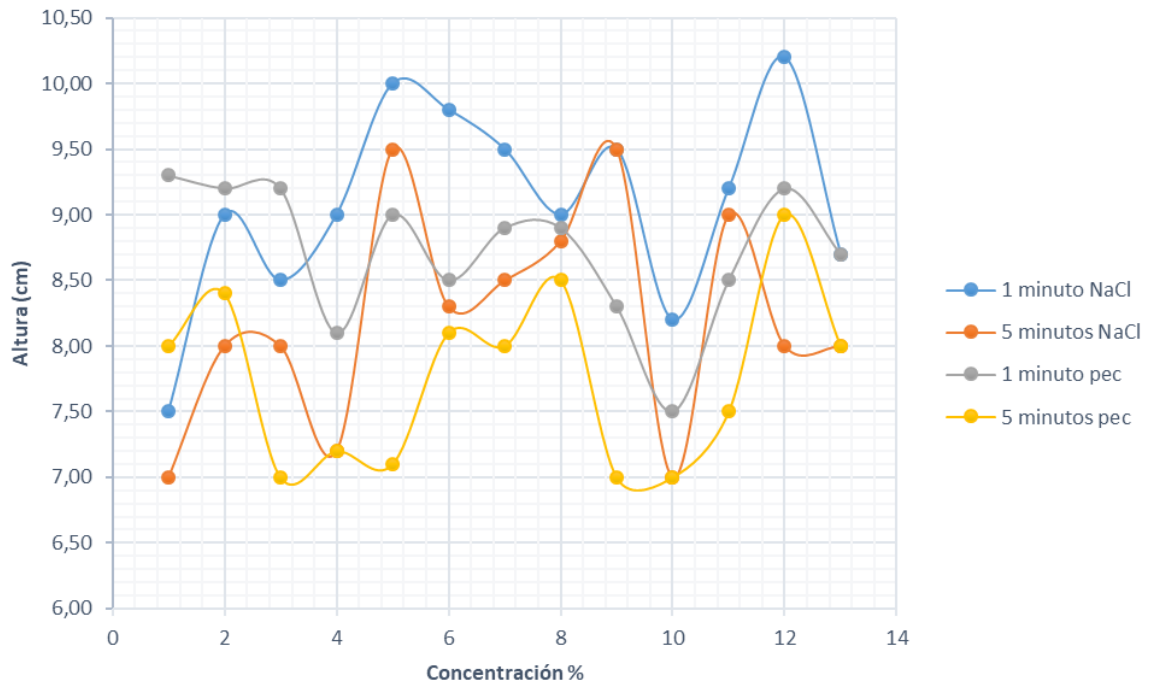


Ilustración 18 Grafica de la altura de espuma del cloruro de sodio y pectina a 1 y 5 minutos

Fuente: Autor

Capítulo 5

Conclusiones y Recomendaciones

5.1. Conclusiones

- Se logró obtener un rendimiento del 1,81% de la pectina extraída de la cáscara de la chirimoya (*Annona cherimola*) mediante el proceso de hidrólisis ácida con ácido cítrico, la misma que tuvo un peso equivalente de 2506,20 mg/meq, 0,40 meq /g de acidez libre, 3,31 % de metoxilo y 71,87 % grado de esterificación, esto demuestra según la bibliografía revisada que es una pectina de bajo metoxilo con un grado de esterificación alto; en la formulación de *shampoo* no tuvo problemas al momento de emplearla como un modificador de la viscosidad, aunque en otras sustancias puede mostrar problemas para gelificar o espesar.

- Luego del estudio reológico se pudo observar que el *shampoo* formulado con cloruro de sodio como la pectina tienen un comportamiento de un fluido no newtoniano pseudoplástico ya que se ajustan a los modelos matemáticos POWER LAW e IPC Paste.

- En el análisis de la curva reológica de la viscosidad con respecto a la concentración se determinó que es necesaria una menor

concentración de pectina que de cloruro de sodio para obtener la misma viscosidad.

- En el estudio de la formulación de *shampoo* con cloruro de sodio y pectina de la viscosidad con respecto a la concentración, tiempo de almacenamiento y pH, presentan una correlación ya que son influyentes en el comportamiento de la viscosidad del *shampoo*.

5.2. Recomendaciones

- Realizar tres o cuatro lavadas a las muestras obtenidas de la hidrólisis ácida para mejorar la calidad de la pectina.

- Comparar el rendimiento de la pectina con diferentes técnicas de extracción de la pectina

- Buscar nuevas alternativas de modificadores reológicos naturales para reemplazar al cloruro de sodio.

- Realizar un análisis de costos de los modificadores reológicos naturales en comparación con el cloruro de sodio.

BIBLIOGRAFIA

- Alatríste, I., Cuervo, M., Flores, F., & Martínez, D. (2013). Optimización del proceso de extracción de pectina de lima persa (*Citrus latifolia tanaka*) de la zona de Cuitláhuac, Veracruz. In *Ciencias Agropecuarias Handbook: Congreso Interdisciplinario de Cuerpos Académicos* (pp. 110-115). Ecorfan.
- Allinger, N., Johnson, C., & Lebel, N. (1986). *Química orgánica*. Reverté
- Agiba, A., Abdallah, M., Shaldam, M., & Abdallah, M. (2015). Development & Optimization of Anti-Dandruff Shampoo by Modifying its Rheological Behavior. *Journal Appl. Cosmetol*, 129-137
- Avalos, F. R., Azahuanche, F. R. P., Arquíño, M. J. O., Jáuregui, G. B., Tang, M. V., & Horna, A. C. F. (2015). Efecto del tiempo de exposición al ultrasonido sobre las características fisicoquímicas, reológicas y microbiológicas en la pulpa de “chirimoya” *Annona cherimola* Mill.(Annonaceae). *Arnaldoa*, 22(2), 367-380.
- ARZATE, A. F. (2009). Síntesis y caracterización de un modificador reológico acrílico asociativo.
- Barel, A. O., Paye, M., & Maibach, H. I. (2009). *Handbook of Cosmetic Science and Technology*, Informa Healthcare USA. Inc., New York, 462, 771-777.
- Barreto, G. E., Púa, A. L., De Alba, D. D., & Pión, M. M. (2017). Extracción y caracterización de pectina de mango de azúcar (*Mangifera indica* L.).
- Biobase Biozone Co., L. (s. f.). *Manual de usuario. Viscosímetro digital BDV-5S*. Shandong, China: Biobase.

- Calvo, E., Cuartero, A., & Puente, M. (2001). Propiedades fluidodinámicas. Determinación de la viscosidad del aceite de vaselina. Viscosímetro Engler. Barcelona: Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Barcelona, EUETIB.
- Canteri, M., Moreno, L., Wosiacki, G., & Scheer, A. (2012). Pectina: da Matéria-Prima ao produto final. Brasília: Polimeros.
- Cangussú, Í. M., Vasconcelos, T. Y. L., Medeiros, D. P. F., Mesquita, R. J. M., Marques, F. V. B. S., de Vasconcelos Saraiva, R. L., & do Nascimento, A. Á. (2016). The Development Of Different Formulations Containing 2% Chlorhexidine Digluconate And Preliminary Evaluation Of The Stability Of The Formulations. *World Journal of Pharmaceutical Research*, 5(5).
- Chacín, J.; Marín, M.; D'Addosio, R. 2010. Evaluación del contenido de pectina en diferentes genotipos de guayaba de la zona sur del Lago de Maracaibo. *Revista Multiciencias*
- Charley, H. (1995). Tecnología de alimentos. Mexico: Limusa.
- Chasquibol-Silva, N., Arroyo-Benites, E., & Morales-Gomero, J. C. (2008). Extracción y caracterización de pectinas obtenidas a partir de frutos de la biodiversidad peruana. *Ingeniería Industrial*, (026), 175-199.
- Cubero, N., Monferrer, A., & Villalta, J. (2002). Aditivos alimentarios. Coleccion tecnología de alimentos. Mundi-prensa.

- Díaz Ramírez, C. C., & Villafuerte Robles, L. (2012). Elementos que influyen la medición del efecto de electrolitos sobre la extensión de una gota de champú. *Revista mexicana de ciencias farmacéuticas*, 43(2), 31-45.
- Fernández-Revelles, A. B. (2013). Modelo matemático de ley de potencias aplicado al maratón.
- Fishman, M. L., Coffin, D. R., Konstance, R. P., & Onwulata, C. I. (2000). Extrusion of pectin/starch blends plasticized with glycerol. *Carbohydrate Polymers*
- Flores, R. B., Mariños, D. C., Rodríguez, N. B., & Rodríguez, D. S. (2014). Optimización de las condiciones de extracción de pectina a partir de cáscara de limón francés (*Citrus medica*) utilizando la metodología de superficie de respuesta. *Agroindustrial Science*, 3(2), 77-89.
- Gil Pozo, J. F. (2018). Evaluación de modificadores reológicos en una formulación de shampoo como alternativa al uso de cloruro de sodio (Master's thesis).
- Goubergrits, L., Wellnhofer, E. & Kertzsch, U. (2008). Choice and Impact of a Non-Newtonian Blood Model for Wall Shear Stress Profiling of Coronary Arteries. En: Katashev, A., Dekhtyar, Y., Spigulis, J. & Magjarevic, R. (Eds.), 14th NordicBaltic Conference on Biomedical Engineering and Medical Physics. IFMBE Proceedings (p. 111-114). Springer Berlin Heidelberg. doi:10.1007/978-3-540-69367-3_30
- González Vega, M. E. (-2013). Chirimoya (*Annona cherimola* Miller), frutal tropical y sub-tropical de valores promisorios. *Cultivos Tropicales*, 34(3), 52-63.

- Heredia, A., Jimenez, J., Fernandez, J., Guillen, R., & Rodriguez, R. (2003). *Fibra alimentaria*. España: Consejo superior de investigaciones científicas.
- Isas, A. S., Maccio, A., Fabersani, E., Molina, V., Maldonado, C., Mozzi, F., & Van Nieuwenhove, C. 3 Chirimoya.
- Johnston, B.M., Johnston, P.R., Corney, S. & Kilpatrick, D. (2004). Non-Newtonian blood flow in human right coronary arteries: steady state simulations. *Journal of biomechanics* 37(5): 709-20. doi:10.1016/j.jbiomech.2003.09.016.
- Jordi, P. G. (1996). *Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de molocoton*. Lleida.
- Kim, S. (2002). *A Study of Non-Newtonian Viscosity and Yield Stress Blood in a Scanning Capillary-Tube Rheometer*. Drexel University
- Leidreiter, H. I., Jenni, K., & Maczkiewitz. (1996). *Rheology of toiletry products: Physical properties and sensory assessment*. Parfümerie und Kosmetik.
- Lochhead, R. Y. (2012). *Shampoo and Conditioner Science – Practical Modern Hair Science*. Obtenido de [nononsensecosmethic.org: http://www.nononsensecosmethic.org/wp-content/uploads/2015/04/Shampooand-conditioner-science.pdf](http://www.nononsensecosmethic.org/content/uploads/2015/04/Shampooand-conditioner-science.pdf)
- Martini, M. C., Chivot, M., & Peyrefitti, G. (1997). *Cosmetología – Dermocosmética y estética*. Barcelona: Masson S. A.
- Méndez-Sánchez, A. F., Pérez-Trejo, L., & Pani, A. M. (2010). Determinación de la viscosidad de fluidos newtonianos y no newtonianos (una revisión del viscosímetro de Couette). *Journal Lapen*, 237-245.

- Moreno, R. (2003). Desarrollo de un modelo Ciencimétrico Unificado. Ingeniería del Conocimiento y Vigilancia Tecnológica aplicada a la Investigación en el campo de los tensioactivos. Desarrollo de un modelo ciencimétrico unificado. Granada: Departamento de Ingeniería Química. Universidad de Granada
- Moreno, M. I. B., Lampion, N. C., De Minas, F. A. C. U. L. T. A., De Procesos, E. S. C. U. E. L. A., & Medellín, E. (2009). Estudio Comparativo de Modelos Reológicos para Lodos de Perforación.
- Mott, R. (2006). Mecánica de fluidos. México: Pearson Educación.
- Navarro, G., & Navarro, S. (1985). Sustancias pécticas: química y aplicaciones. España: Quimica y Aplicaciones.
- Nwanekesi, E., & Alawuba, O. (1994). C. Mkpolulu. "Characterization of pectic substances from select tropical fruits". J. Sci. Technol, 31.
- Pagan, J. (1998). Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de melocotón (pp. 35, 78-83). (Tesis para optar el Título Profesional de Ingeniería Alimentaria), Universidad Nacional Agraria la Molina, Lima, Perú
- Ojeda, R., & Aljama, P. A. (2008). Microinflamación crónica y daño endotelial en la uremia. *Nefrología*, 28(6), 583-586.
- Ortiz-León, G., Araya-Luna, D., & Vílchez-Monge, M. (2014). Revisión de modelos teóricos de la dinámica de fluidos asociada al flujo de sangre. *Revista Tecnología en Marcha*, 27(1), ág-66.
- Ortuño, A. (1999). Introducción a la química industrial. España.

- Owens, H., Miers, J., & Maclay, W. (1948). Distribution of molecular weights of pectin propionates. Owens, Mccready, Shepherd, & Shults. (1952). Methods used western regional research laboratory for extraction and analysis of pectic materials. California: Western, Regional Research Laboratory.
- Pacheco López, C. (Febrero de 2010). Estudio para la realización de preparados espumosos. Cataluña, España: Universidad Politécnica de Cataluña.
- Páez, G., Marín, M., Mármol, Z., & Ferrer, J. (2005). Obtención y caracterización de pectina a partir de la cáscara de parchita (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa* Degener). *Revista de la Facultad de Agronomía*, 22(3), 241-251.
- Pilnik, W., & Rombouts, F. M. (1979). *Pectic Enzymes*. Butlerwarths: Polysaccharides in foods.
- Pinzón, A. C. N., Sarmiento, M. J. M., Peña, P. A., & Tuta, E. M. C. (2013). Recubrimientos De Hidroxiapatita Biológica Dopada Con Magnesio Y Reforzada Con Tio 2: Síntesis Y Caracterización (Coatings Of Biological Hydroxyapatite Doped With Magnesium And Reinforced With Tio 2: Synthesis And Characterization). *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 240-250.
- Quispe Condori, C. L. (2017). Obtención de pectina de alto y bajo metoxilo de la cáscara de arveja (*Pisum sativum*), por el método de hidrólisis ácida.
- Ramírez Navas, J. (2006). Introducción a la Reología. En *Introducción a la reología de los alimentos* (pág. 20). Cali: ReCiTelA.

Ramirez Hernandez, (2017). Evaluación de la estabilidad en emulsiones de un crudo pesado empleando nanopartículas de co y mo.

Ranganna, S. (1986). Handbook of analysis and quality control for fruit and vegetable products.

Rivas, A. S. B., Illescas, J. R. M., Ávila, C. E. H., & Díaz, L. P. A. (2019). Investigación sobre la formulación y elaboración de néctar con cardamomo. Revista científica Ingeniería y Ciencia de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Rafael Landívar

Romanowski, P., & Schueller, R. (2009). Introduction to Shampoo Thickening. En P. Romanowski, & R. Schueller, Beginning Cosmetic Chemistry (págs. 313-323). USA: Alluredbooks

Suarez D. & Orozco D. (2014). “Obtención Y Caracterización De Pectina A Partir De La Cascarilla De Cacao Del Theobroma Cacao L., Subproducto De Una Industria Chocolatera Nacional”.




Thermo Scientific. (2014). The Rheological Behaviour of Shower Gel – What makes a product acceptable for aspecific target customer. Thermo Fisher Scientific, 1.

Ueno, H., Tanaka, M., Hosino, M., Sasaki, M., & Goto, M. (2008). Extraction of valuable compounds from the flavedo of Citrus junos using subcritical water. Separation and Purification Technology, 62, 513e516

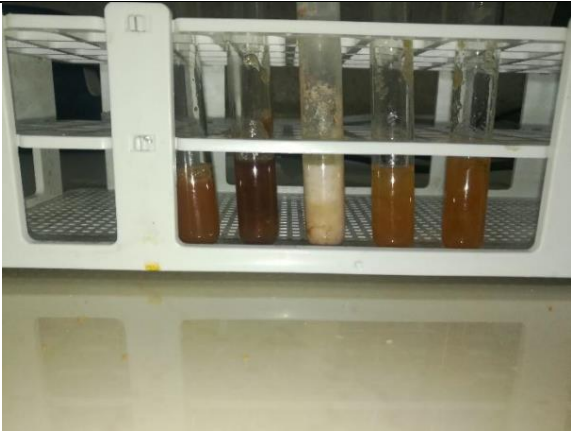

Vaclavick, V., & Christian, E. (2002). Fundamento de ciencia de los alimentos de pectina y otros carbohidratos.

- Vásquez Alvarado, D. M. (2012). Calidad organoléptica y fisicoquímica de champús para cabello normal que se expenden en boticas del centro de la ciudad de trujillo-julio 2012.
- Villanueva-Arce, R., Hernández-Anguiano, A. M., Yáñez-Morales, M. D. J., Téliz-Ortíz, D., Mora-Aguilera, A., Cárdenas-Soriano, E., & Castañeda-Vildózola, Á. (2005). Caracterización e identificación de *Colletotrichum fragariae* en frutos de chirimoya. *Agrociencia*, 39(1), 93-106.
- Walton, E., & Sinclary, B. (1984). The biochemistry and physiology of the lemon and other citrus fruits. Division of agricultural sciences.
- Willats, W. G., Knox, J. P., & Mikkelsen, J. D. (2006). Pectin: new insights into an old polymer are starting to gel. *Trends in Food Science & Technology*, 17(3), 97-104.
- Wilkinson, J. B., & Moore, R. J. (1990). *Cosmetología de Harry*. Ediciones Díaz de Santos.
- Tsoi, L. C., Spain, S. L., Knight, J., Ellinghaus, E., Stuart, P. E., Capon, F., ... & Kang, H. M. (2012). Identification of 15 new psoriasis susceptibility loci highlights the role of innate immunity. *Nature genetics*, 44(12), 1341.

Anexos

<p>Cáscara de la chirimoya (<i>Annona cherimola</i>).</p>	
<p>Desactivación enzimática</p>	
<p>Hidrólisis ácida</p>	

<p>Producto de la hidrólisis ácida</p>	 Three glass beakers are shown on a metal surface. Each beaker contains a brown, slightly viscous liquid. The beakers have volume markings and the name 'WILCO' and 'RENFELD' are visible on them.
<p>Producto de la hidrólisis ácida con la adición de alcohol.</p>	 Two glass beakers are shown on a white surface. The liquid in the beakers is a lighter, more uniform yellowish-brown color compared to the previous image, indicating a change in the product's appearance after the addition of alcohol.
<p>Pectina húmeda</p>	 A hand is holding a white cloth or filter paper over a sink. The cloth is saturated with a thick, yellowish-brown substance, which is the wet pectin product. A small amount of the substance is visible in a glass dish nearby.

<p>Identificación de la pectina</p>	
<p>Titulación para caracterización</p>	
<p>Formación de geles</p>	

Elaboración de shampoo



Fórmulaciones de shampoo con pectina

