

CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA FT-IR DE FIBRA DIETÉTICA DE TRES VARIEDADES DE NOPAL DEL VALLE DEL MEZQUITAL

CHARACTERIZATION OF DIETARY FIBER OF THREE VARIETIES OF NOPAL FROM VALLE DEL MEZQUITAL BY FT-IR SPECTROSCOPY

Pérez-Francisco Isaac Daniel^a, Pérez-Pérez Nalleli Concepción^{a*}, Tovar-Benítez Tomás^a, Perea-Flores María de Jesús^b, Porras-Saavedra Josefina^a

^a Tecnológico Nacional de México/ITSOEH, División de Ingeniería en Industrias Alimentarias, Paseo del Agrarismo 2000, Carr. Mixquiahuala – Tula km2.5, Mixquiahuala de Juárez, C.P. 42700, Hidalgo, México.

^b Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías-Instituto Politécnico Nacional, Unidad Profesional Adolfo López Mateos, Av. Luis Enrique Erro s/n, Gustavo a Madero, 07738 Ciudad de México, México

RESUMEN. El uso de diferentes métodos para extraer y cuantificar la fibra dietética presenta variaciones en la concentración de este compuesto en un producto, ya sea fruto u hortaliza, aunque los resultados pueden estar altamente correlacionados. En este contexto, esta investigación tuvo como objetivo comparar la fibra dietética de tres variedades de nopal del Valle del Mezquital Hidalgo, analizada mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR). El método de extracción de fibra dietética fue por hidrólisis ácido-alkalina; empleando H₂SO₄ como ácido e NaOH como base. Posteriormente, se caracterizó la fibra dietética de las tres variedades por FT-IR, por triplicado. Donde los principales componentes químicos, de los polisacáridos extraídos de las tres variedades de *O. ficus*, observados en los espectros presenta una huella dactilar similar, donde el cambio significativo se observa en la intensidad de la señal asociada a los grupos funcionales. Esto sugiere que, existe la misma composición orgánica, pero con distinta concentración. Los grupos funcionales identificados en el análisis espectroscópico fueron del tipo –OH en las bandas entre los 3000 y 3700 cm⁻¹; C-H entre los 2914 cm⁻¹ y 2939 cm⁻¹; C=C entre 1607 y 1631 cm⁻¹. Estas señales se correlacionan con las moléculas de agua, pectinas y lignina, respectivamente.

Palabras clave: Hidrólisis ácida-básica, grupos funcionales, análisis espectroscópico

ABSTRACT. The use of different methods to extract and quantify dietary fiber presents variations in the concentration of this compound in a product, be it fruit or vegetable, although the results can be highly correlated. In this context, the aim of this work was to compare the dietary fiber of three varieties of nopal from the Mezquital Hidalgo Valley, analyzed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR). The dietary fiber extraction method was by acid-alkaline hydrolysis, using H₂SO₄ as acid and NaOH as base. Subsequently, the dietary fiber of the three varieties was characterized by FT-IR, in triplicate. Where the main chemical components, of the polysaccharides extracted from the three varieties of *O. ficus*, observed in the spectra present a similar fingerprint, where the significant change is observed in the intensity of the signal associated with the functional groups. This suggests that there is the same organic composition, but with a different concentration. The functional groups identified in the spectroscopic analysis were of the –OH type in the bands between 3000 and 3700 cm⁻¹; C-H between 2914 cm⁻¹ and 2939 cm⁻¹; C=C between 1607 and 1631 cm⁻¹. These signals correlate with the molecules of water, pectins, and lignin, respectively.

Key words: Acid-basic hydrolysis, functional groups, spectroscopic analysis

INTRODUCCIÓN

En la actualidad los compuestos funcionales son de gran relevancia para el consumo humano. Estos compuestos se definen como un alimento o bebida que proporciona un beneficio fisiológico, que fortalece la salud, ayuda a prevenir o tratar enfermedades o mejora el rendimiento físico o mental por la adición de un ingrediente funcional¹. Uno de los compuestos más estudiados es la fibra dietética, considerada y cuantificada como carbohidratos y lignina no digeribles. De acuerdo con su solubilidad en agua, se clasifica en soluble e insoluble, la primera

la conforman mucílagos, gomas, pectinas y hemicelulosas. Mientras que la fibra insoluble incluye celulosa, lignina y una gran fracción de hemicelulosa.

De acuerdo con el tipo de fibra que se consuma será su efecto fisiológico, la fibra soluble se asocia con la reducción de los niveles de glucosa y de colesterol como a la estabilización del vaciamiento gástrico; mientras que la fibra insoluble se relaciona con la capacidad de retención de agua, el intercambio iónico, la absorción de ácidos biliares, minerales, vitaminas y su interacción con la flora microbiana¹.

Por lo tanto, los beneficios son el reducir el riesgo de padecer enfermedades degenerativas, por ejemplo: obesidad, diabetes, enfermedades coronaria y algunos tipos de cáncer. Así mismo, posee propiedades tecno-funcionales en el mejoramiento de la estabilidad de alimentos durante la producción y almacenamiento.

Se han empleado métodos de extracción térmica, química, enzimática y mecánico/física para obtener fibra dietética de diferentes fuentes. Estas metodologías han sido estudiadas por su evolución histórica subyacentes a los datos de fibra dietética en las bases de datos de composición de alimentos del Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (USDA, por sus siglas en inglés)². Cabe señalar que en la mayoría de los métodos de extracción las condiciones utilizadas implican largos tiempos de ejecución (entre 16 a 18 h), altas temperaturas (entre 90 °C hasta 195 °C) que pueden modificar la estructura de la fibra obtenida, cambiando también su funcionalidad³.

La extracción de la fibra se realiza a partir de distintas fuentes vegetales, entre estas se encuentra el nopal, perteneciente a la familia de las Opuntias, con más de 1500 especies alrededor del mundo, de las cuales la más estudiada es la *Opuntia ficus indica*. Las partes comestibles de estos cactus son sus frutos y cladodios. Los cladodios presentan forma de raqueta ovoide o alongada con una longitud entre 60 y 70 cm de longitud, dependiendo del agua y de los nutrientes disponibles. Desde el punto de vista industrial son de interés, en polvo para la formulación de bebidas o como sustituto de harinas o como agente estabilizante en sopas vegetales, postres y cereales para desayuno⁴

Las distintas especies de nopal tienen características comunes y diversas a la vez. Por ejemplo, su capacidad para resistir altas temperaturas y periodos prolongados de sequía las hace especialmente atractivas para las zonas áridas. En México, se cuenta con más de 100 especies del género *Opuntia*, al existir la variación más amplia de opuntias, se considera como el centro de origen. La zona con mayor riqueza de Opuntias corresponde a la Sierra Madre Oriental, Eje Neovolcánico y Mesa del Centro (zona de intercepción geográfica 20° a 23° latitud

norte y 99° a 101° longitud oeste), en donde converge vegetación de tipo xerófila, localizadas en altitudes de 1000 a 2500 m⁵. En México se utilizan tres sistemas de producción: nopaleras silvestres en zonas semiáridas, nopaleras en huertos familiares y plantaciones comerciales¹.

La zona centro del Valle del Mezquital, en el estado de Hidalgo posee un clima semiárido, con agroecosistemas resistentes a condiciones áridas y una diversidad en la flora característico de este tipo de clima en donde predominan distintas especies de nopal⁵. En este contexto surge el interés de identificar la composición química de la fibra del nopal silvestre. Por lo anterior, el objetivo del presente trabajo fue comparar la composición de la fibra dietética de tres variedades de nopal del Valle del Mezquital Hidalgo, analizada mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR).

METODOLOGÍA

Descripción de la materia prima

La extracción y caracterización de la fibra se realizó utilizando como materia prima cladodios recolectados en nopaleras silvestres de la comunidad de Xuchitlan Municipio de San Salvador, Hidalgo, las especies estudiadas fueron *Opuntia joconostle* (Xoconostle), *Opuntia ficus indica* (Santa Ana) y una tercera especie nombrada por los pobladores de la comunidad como Njuskaha (nopal agro).

Características físicas, pH y acidez de nopal

Las características físicas evaluadas en los cladodios de Opuntias fueron sus dimensiones y peso. La longitud (cm) se midió de la base al ápice y la anchura (cm) en la zona central más ancha del cladodio. Para determinar el pH⁶ y la acidez titulable⁶ se tomaron muestras del área central de cada nopal. La acidez se expresó como porcentaje de ácido málico.

Extracción de fibra por el método de hidrólisis ácido-alkalina

Para la extracción de la fibra, se eliminaron las espinas y de la parte central del cladodio se tomaron las muestras, posteriormente y siguiendo el método de hidrólisis ácido alcalina⁶ se extrajo la fibra, se redujo el tamaño de partícula y se pasó por un tamiz malla No. 80.

Caracterización de los grupos funcionales de la fibra de nopal mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)

La identificación de los grupos funcionales en la fibra de nopal se realizó mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR). Las mediciones se realizaron en un espectrómetro (Perkin Elmer, INC., Waltham, MA, USA) y los espectros se adquirieron por triplicado en el modo reflexión entre 675 y 4000 cm^{-1} , adquiriendo 32 scans como promedio con resolución de 4 cm^{-1} .

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para este estudio se analizaron los cladodios de las especies de nopal *Opuntia Xocconostle*, *Opuntia ficus indica* y Njuskaha (nopal agrio), con las siguientes características: peso promedio de 376 g a 622 g, pH de 4.0 y acidez entre 0.14 y 0.16 % de ácido málico (Figura 1), con un contenido en fibra de 1.16 al 2.84 % (Tabla 1). De acuerdo con Ribeiro ⁷, el contenido en fibra depende de diversos factores: características morfológicas, variedad, edad de la planta durante la recolección, suelo y clima. Cabe mencionar que por el método de hidrólisis ácida-alcalina se obtiene la fibra insoluble y se elimina la fibra soluble.

De acuerdo con Cheikh et al. ⁸, la composición mayoritaria en la fibra insoluble es la celulosa, seguido de la hemicelulosa y en menor concentración se encuentra pectina y lignina; la presencia de estos depende del método de extracción utilizado (Tabla 1). La celulosa es un polímero de glucosa unida en su posición β 1-4, sin cadenas laterales; las

hemicelulosas son polímeros de pentosas y hexosas; con cadenas laterales en las que se presentan diferentes azúcares y ácidos glucorónicos; las pectinas son polímeros de ácido galacturónico con cadenas laterales con diferentes azúcares. La lignina es un polímero no polisacárido que contiene unidades de fenilpropano derivado de los alcoholes sinapílico, coniferílico y cumarílico.

Opuntia xocconostle



Largo: 19.6 cm
Ancho: 11.4 cm
Espesor: 376.6 cm
Peso: 376.6 g
pH: 4.0
Acidez: 0.16
Porcentaje de fibra: 2.82 %

Opuntia ficus indica (Santa Ana)



Largo: 21.6 cm
Ancho: 12.2 cm
Espesor: cm
Peso: 428.8 g
pH: 4.0
Acidez: 0.14
Porcentaje de fibra: 1.16 %

Opuntia ficus indica (Njuskaha, nopal agrio)



Largo: 24.4 cm
Ancho: 13.1 cm
Espesor: 3.2 cm
Peso: 622.4 g
pH: 4.0
Acidez: 0.16
Porcentaje de fibra: 2.84 %

Figura 1. Características físicas del nopal

Tabla 1. Composición de fibra en Opuntias de acuerdo al método de extracción.

Método de extracción	Celulosa	Hemicelulosa	Lignina	Pectina	Fuente
Extracción con agua (%)	72.8 ± 0.9	6.0 ± 0.8	0.08 ± 0.01	4.8 ± 0.01	⁸
Extracción con etanol (%)	73.2 ± 1.1	6.9 ± 0.1	1.77 ± 0.01	3 ± 0.1	⁸
Extracción con jugo de limón (%)	80.01 ± 0.087	3.6 ± 0.05	0.03 ± 0.01	3.01 ± 0.01	⁸
Extracción por tamizaje (%)	36.54 ± 0.03	13.32 ± 0.30	22.61 ± 0.03	22.93 ± 0.16	⁹
Extracción por detergente (%)	32.9 ± 0.3	22.1 ± 0.2	17.0 ± 0.4	2.0 ± 0.1	¹⁰
Extracción enzimática (poligalacturonasa*) y alcalina* (%)	20.20 ± 0.32 ⁺	10.09 ± 0.14 ⁺	8.76 ± 0.36 ⁺	15.23 ± 0.50 [*]	¹¹

Análisis por Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier

Derivado de que los polisacáridos que conforman la fibra difieren en sus componentes químicos. Para confirmar la identidad de los polisacáridos extraídos del nopal e identificar los principales grupos funcionales, estos fueron analizados por FT-IR. En la Figura 2 se muestran los espectros de la fibra de nopal, con ligeros cambios en la intensidad de la señal asociada a los grupos funcionales, lo que sugiere la misma composición orgánica con distinta concentración.

Los resultados del análisis espectroscópico muestran grupos funcionales de tipo OH y C-H (Tabla 2). El ancho e intensidad de las bandas entre 3000 y 3700 cm^{-1} son indicativas de las vibraciones de estiramiento de los grupos hidroxilo y de la presencia de moléculas de agua, la intensidad de esta señal podría asociarse a la deshidratación de las muestras⁸. Las bandas comprendidas entre 2914 cm^{-1} y 2939 cm^{-1} se relacionan con el estiramiento del enlace CH_3 y se asocian con los grupos funcionales de la estructura de las pectinas.

Las bandas comprendidas entre 1607 y 1631 sugieren la vibración axial de los dobles enlaces $\text{C}=\text{C}$, este tipo de enlaces se encuentran en los anillos aromáticos de las ligninas⁸.

De acuerdo con lo reportado por Morales- Martínez et al.¹², la huella dactilar con valores de longitud de onda por debajo de 1500 cm^{-1} es compleja, debido a los distintos grupos funcionales detectados en esta zona. Las bandas observadas entre 1475 cm^{-1} y 1475 cm^{-1} están asociadas con el grupo de ácido carboxílico, mientras que las bandas en 1313 y 1320 son atribuidas al estiramiento de C-H. Han et al.¹³ indican que la región referida como huella dactilar, ubicada en la longitud de onda de 1200 a 850 cm^{-1} , se relaciona con los grupos funcionales de los polisacáridos. La señal observada en la 1031 cm^{-1} es debida a la vibración que involucra al estiramiento C-O⁶. Las bandas cortas entre 800 cm^{-1} y 900 cm^{-1} sugieren las uniones α y β glucosídicos entre los polisacáridos.

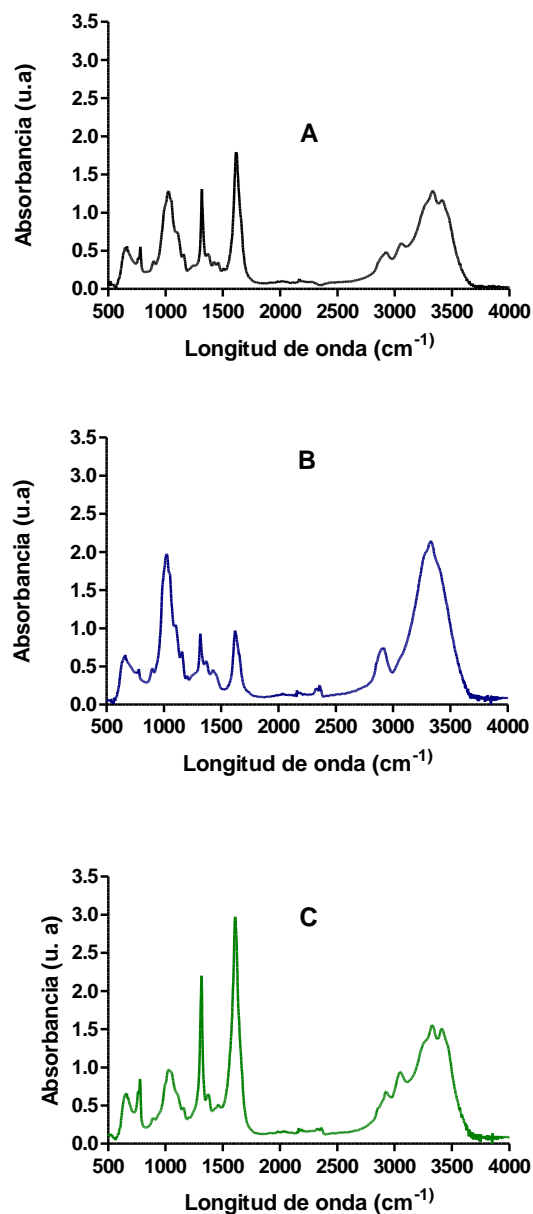


Figura 2. Análisis FT-IR de la fibra de A) *Opuntia ficus indica* (Njuskaha), B) *Opuntia ficus indica* (Santa Ana), C) *Opuntia xocconostle*.

Tabla 2. Resultados obtenido mediante espectroscopia por FT-IR

Longitud de onda de la banda, cm ⁻¹			Identificación de enlaces probables
NA	NS	NX	
667	667	667	Vibración de C-H de la fibra
782	785	780	
903	907	905	
1031	1031	1031	Tensión C-O perteneciente a alcoholes secundarios y éteres existentes en la cadena de celulosa
1110	1110	1056	Bandas de baja intensidad de cetonas
1164	1164	1313	Señales de C-H en los polisacáridos
1318	1320		
1378	1378		
1465	1475		Ácido carboxílico
1618	1631	1607	Presencia del grupo C=C en el anillo aromático de la lignina
2939	2926	2914	Frecuencia de vibración de tensión CH de la fibra y grupos OH en la lignina
3078	3341	3043	Frecuencia de tensión del grupo -OH
3339		3343	
3425		3402	

CONCLUSIÓN

La intensidad de las bandas que representan los grupos funcionales es diferente en cada una de las muestras, lo que se debe posiblemente a la heterogeneidad de la composición de la fibra de nopal, en donde el proceso de hidrólisis ácida-alcalina es un factor para considerar en la obtención de celulosa pura.

REFERENCIAS

- Sáenz, C., Berger, H., Corrales, J., Galletti, L., García, V., Huiguera, I., Mondragón, C., Rodríguez, A., Sepúlveda, E y Varnero, M. (2006) Utilización agroindustrial del Nopal. Organización de las Naciones Unidas para la agricultura y la alimentación (FAO). Boletín 162. Roma.
- Phillips, K. M., Haytowitz, D. B., & Pehrsson, P. R. (2019). Implications of two different methods for analyzing total dietary fiber in foods for food composition databases. *Journal of Food Composition and Analysis*, 84, 103253.
- Tejada-Ortigoza, V., Garcia-Amezquita, L. E., Serna-Saldívar, S. O., & Welti-Chanes, J. (2016). Advances in the functional characterization and extraction processes of dietary fiber. *Food Engineering Reviews*, 8(3), 251-271.
- Stintzing, F. C., & Carle, R. (2005). Cactus stems (*Opuntia spp.*): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular nutrition & food research*, 49(2), 175-194.
- Moreno-Alcantara M., Garret-Ríos M. G., Fierro-Alonso U. G. (2006). Otomies en el Valle del Mezquital. Ed. Comisión Nacional para el Desarrollo de los Pueblos Indígenas. Distrito Federal, México.
- AOAC (1990), Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemistry. 15th Edn., AOAC International, Washington, USA.
- Delgado-Arroyo F., León-Silva U., Saldívar-Guerrero R., Huacuz-Villamar J. M. (2018). Moisture removal in mineral insulating oils by a resinous residue of *Opuntia ficus-indica*, 6 (33), 1-11
- Ribeiro E. M. O., Silva N. H., Lima Filho, Brito J.Z. Silva. (2010). Study of carbohydrates present in the cladodes of *Opuntia ficus-indica* (fodder palm), according to age and season. *Ciencia e Tecnologia de Alimentos*. 30 (4), 933-939.
- Cheikh Rouhou M., Abdelmoumen S., Hamadi Attia S. T., Ghorbel D. (2018). Use of green chemistry methods in the extraction of dietary fibers from cactus rackets (*Opuntia ficus indica*): Structural and microstructural studies. *International Journal of Biological Macromolecules*. 116, 901-910.
- Mei, X., Mu, T. H., & Han, J. J. (2010). Composition and physicochemical properties of dietary fiber extracted from residues of 10 varieties of sweet potato by a sieving method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58(12), 7305-7310.
- Aguedo, M., Kohnen, S., Rabetafika, N., Bossche, S. V., Sterckx, J., Blecker, C., ... & Paquot, M. (2012). Composition of by-products from cooked fruit processing and potential use in food products. *Journal of Food composition and analysis*, 27(1), 61-69.
- Huang, J. Y., Liao, J. S., Qi, J. R., Jiang, W. X., & Yang, X. Q. (2020). Structural and physicochemical properties of pectin-rich dietary fiber prepared from citrus peel. *Food Hydrocolloids*, 110, 106140.
- Morales-Martínez, Y., López-Cuellar, Ma.del.Rocí., Chavarría-Hernández, N., Rodríguez-Hernández, A. I.

- (2018). Rheological behaviour of acetylated pectins from cactus pear fruits (*Opuntia albicarpa* and *O. matudae*), *Food Hydrocolloids*, 85, 110-119.
14. Han Y. -L., Gao J., Yin Y. -Y., Jin Z.-Y., Xu X-M., Chen H.-Q. (2016). Extraction optimization by response surface methodology of mucilage polysaccharide from the peel of *Opuntia dillenii* haw. Fruits and their physicochemical properties. *Carbohydrate polymers*, 151, 381-391.