

**EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y EL TIEMPO DE EXTRACCIÓN EN
EL PROCESO DE OBTENCIÓN DE ALGINATO DE SODIO A PARTIR DE
*Macrocystis pyrifera***

**EFFECT OF TEMPERATURE AND EXTRACTION TIME ON THE
PROCESS TO OBTAIN SODIUM ALGINATE FROM
*Macrocystis pyrifera***

Dora Luz Arvizu-Higuera*

Gustavo Hernández-Carmona**

Y. Elizabeth Rodríguez-Montesinos

Centro Interdisciplinario de Ciencias Marinas

Apartado postal 592

La Paz, Baja California Sur, México 23000

*E-mail: gcarmona@vmredipn.ipn.mx

Recibido en septiembre de 1995; aceptado en julio de 1996

RESUMEN

Se analizó la etapa de extracción alcalina en el proceso de producción de alginato de sodio a partir del alga *Macrocystis pyrifera*. Se compararon los tratamientos de extracción en frío (28°C) y en caliente (80°C) para determinar el efecto de la temperatura de extracción sobre el rendimiento y viscosidad del producto final, empleando muestras recolectadas en Bahía Tortugas, Baja California Sur (Méjico), en el verano de 1994. Para el tratamiento en caliente se obtuvo un rendimiento de 19.10% y una viscosidad de 398 cps, mientras que en el proceso en frío el rendimiento fue de 15.53%, con una viscosidad de 466 cps, por lo que se concluye que con la extracción en caliente se tiene un rendimiento significativamente mayor que con la extracción en frío, y la calidad en términos de viscosidad no fue significativamente diferente. Se determinó el efecto del tiempo de tratamiento durante la etapa de extracción en el proceso en caliente (80°C), con muestras de alto rendimiento recolectadas en Bahía Tortugas en el otoño de 1990, con el fin de determinar el tiempo mínimo de extracción en el cual se puede obtener un producto final de buena calidad, en términos de viscosidad, y un alto rendimiento. Se probaron tiempos de extracción de 90 a 165 minutos a una temperatura de 80°C. No se encontró diferencia significativa entre los valores de rendimiento y viscosidad en el intervalo de temperatura estudiado, por lo que se concluye que el tiempo mínimo de extracción es de 90 minutos; sin embargo, si se desea llegar al final de la reacción se debe prolongar el tiempo de extracción a 120 minutos.

Palabras clave: *Macrocystis pyrifera*, ácido algínico, alginatos, proceso, extracción.

ABSTRACT

The alkaline extraction step of the process to obtain sodium alginate from *Macrocystis pyrifera* was investigated. We compared cold (28°C) and hot (80°C) treatments to determine the effect of extraction temperature on the yield and viscosity of the final product, using samples collected in Bahía Tortugas, Baja California Sur (Mexico), in the summer of 1994. At 80°C we obtained a yield of

* Becario de la Comisión de Operación y Fomento de Actividades Académicas del IPN (COFAA).

19.10% and a viscosity of 398 cps; at 28°C the yield was 15.53% and the viscosity was 466 cps. We conclude that hot extraction is more favourable, because the yield is statistically greater and the viscosity is the same. The effect of extraction time was also investigated in the hot process, using samples collected in Bahía Tortugas in the fall of 1990, to determine the minimum extraction time in which we can obtain high yield and quality of the final product. We tested times from 90 to 165 minutes at 80°C. In the temperature range tested, no significant difference was found between the yields or the viscosity. We conclude that the minimum extraction time is 90 minutes; however, to reach the final reaction point, the time must be extended to 120 minutes.

Key words: *Macrocystis pyrifera*, alginic acid, alginate, process, extraction.

INTRODUCCIÓN

Las algas cafés (feoficeas) son fuente potencial de alginatos, con propiedades que varían de una especie a otra. En México, dentro del grupo de las feofitas la especie más importante es *Macrocystis pyrifera* (L.) C. Agardh, debido a su alto contenido de alginatos (Casas-Valdez, 1985; Hernández-Carmona, 1985; Rodríguez-Montesinos y Hernández-Carmona, 1991) y su gran abundancia en la península de Baja California (Guzmán-del Próo *et al.*, 1971; Casas-Valdez *et al.*, 1985; Hernández-Carmona *et al.*, 1989a, b, 1991).

El alginato es el nombre genérico que se le da a las sales del ácido algínico, el cual es un polisacárido constituido por un polímero lineal, basado en dos unidades monoméricas, ácido β -D-mannurónico y α -L-gulurónico, unidas por enlaces 1, 4 (Hirst *et al.*, 1964).

La producción de alginatos se basa en una serie de reacciones de intercambio iónico para extraerlo y purificarlo. El primero en descubrir el ácido algínico fue el inglés E.C.C. Stanford en 1881 (Tseng, 1945), pero fue hasta 1886 cuando Krefling patentó un proceso para obtener ácido algínico puro (Krefling, 1896). Sin embargo, la producción comercial se inició hasta 1929 en los Estados Unidos de Norteamérica (Steiner y McNeely, 1950) y se basó en las patentes de Clark y Green (1936), Green (1936) y LeGloahec y Herter (1938). A partir de entonces, se han desarrollado algunos trabajos para mejorar el proceso. Bashford *et al.* (1950) y posteriormente Haug (1964) plantearon la transformación del ácido algínico insoluble a alginato de sodio soluble mediante dos etapas de intercambio iónico. Myklestad (1968) describió ampliamente los efectos de diferentes

INTRODUCTION

Brown algae (phaeophytes) are a potential source of alginates, with properties that vary from one species to another. In Mexico, *Macrocystis pyrifera* (L.) C. Agardh is the most important species from the phaeophyte group, due to its high alginic content (Casas-Valdez, 1985; Hernández-Carmona, 1985; Rodriguez-Montesinos and Hernández-Carmona, 1991) and high abundance along the Baja California peninsula (Guzmán-del Próo *et al.*, 1971; Casas-Valdez *et al.*, 1985; Hernández-Carmona *et al.*, 1989a, b, 1991).

Alginate is the generic name given to the salts of alginic acid, which is a polysaccharide built up from a linear polymer based on 1, 4-linked residues of two monomeric units, β -D mannuronic acid and α -L-guluronic acid (Hirst *et al.*, 1964).

Alginate production is based on a series of ion-exchange reactions to extract and purify it. Alginic acid was first discovered by the Englishman E.C.C. Stanford in 1881 (Tseng, 1945), but it was not until 1886 that Krefling patented the process for obtaining pure alginic acid (Krefling, 1896). Commercial production, however, did not start until 1929 in the United States (Steiner and McNeely, 1950) and was based on the patents of Clark and Green (1936), Green (1936) and LeGloahec and Herter (1938). Since then, some studies have been carried out to improve this process. Bashford *et al.* (1950) and Haug (1964) proposed the transformation of insoluble alginic acid to soluble sodium alginate, using two stages of ion exchange. Myklestad (1968) described the effects of different factors on the pre-extraction stage; this is the stage that most publications

factores en la etapa de preextracción. Esta última es una etapa sobre la que más publicaciones se tienen: Haug (1964), Myklestad (1968), Duville *et al.* (1974), Hernández-Carmona y Aguirre-Vilchis (1987), Hernández-Carmona *et al.* (1991), Hernández-Carmona *et al.* (1992) y Arvizu-Higuera *et al.* (1995). Sin embargo, existe poca información sobre la etapa de extracción: Bescond (1948) menciona en su patente el uso de carbonato de sodio del 5-7% para la digestión del alga, por un tiempo de 12 h; Lukachyov y Pochkalov (1965) emplean carbonato de sodio y lo llevan a ebullición, sin mencionar tiempo; Zvered *et al.* (1969), carbonato de sodio del 1-2%, 1-2 h a 27°C; Secconi (1967), solución básica de amoníaco, potasio o sodio 5-7%, con un tiempo de 5-24 h; Baranov *et al.* (1980), 12-15% de carbonato de sodio más 5% de fosfato de sodio, a 45°C por 30 min; McHugh (1987) cita el uso de carbonato de sodio, un tiempo de 1-2 h y una temperatura de 50-95°C. En general, se menciona el empleo de un álcali como carbonato de sodio y el uso de temperaturas y/o tiempos muy variables, sin ejemplificar los valores de rendimiento o viscosidad del producto final para unos parámetros específicos o una especie de alga en particular. Por tal motivo, el objetivo de este trabajo fue determinar el efecto de la temperatura y el tiempo de extracción sobre el rendimiento y la viscosidad del alginato de sodio, empleando *Macrocystis pyrifera* como materia prima.

MATERIAL Y MÉTODOS

(a) Efecto de la temperatura de extracción sobre el rendimiento y la calidad en términos de viscosidad

Para llevar a cabo los experimentos se empleó el método de Hernández-Carmona *et al.* (patente en trámite), utilizando muestras de 10 g de alga seca (*M. pyrifera*), recolectada en Bahía Tortugas, Baja California Sur (Méjico), en el verano de 1994 para el experimento del efecto de temperatura y en el otoño de 1990 para el experimento del tiempo de tratamiento, por ser ésta una muestra de alto rendimiento.

deal with: Haug (1964), Myklestad (1968), Duville *et al.* (1974), Hernández-Carmona and Aguirre-Vilchis (1987), Hernández-Carmona *et al.* (1991), Hernández-Carmona *et al.* (1992) and Arvizu-Higuera *et al.* (1995). However, there is little information on the extraction stage: Bescond (1948) mentions in his patent the use of 5-7% sodium carbonate for 12 h for algae breakdown; Lukachyov and Pochkalov (1965) use sodium carbonate and heat to boiling, but do not mention time; Zvered *et al.* (1969), 1-2% sodium carbonate for 1-2 h at 27°C; Secconi (1967), basic ammonia solution, 5-7% potassium or sodium for 5-24 h; Baranov *et al.* (1980), 12-15% sodium carbonate plus 5% sodium phosphate, at 45°C for 30 min; McHugh (1987) cites the use of sodium carbonate for 1-2 h at 50-95°C. The studies generally mention the use of an alkali, such as sodium carbonate, as well as highly variable temperatures and/or times without specifying the yield or viscosity of the final product, using specific parameters or a particular algal species. For this reason, the objective of this study was to determine the effect of temperature and extraction time on the yield and viscosity of sodium alginate, using *Macrocystis pyrifera* as raw material.

MATERIAL AND METHODS

(a) Effect of extraction temperature on yield and quality in terms of viscosity

The method of Hernández-Carmona *et al.* (patent pending) was used in the experiments, with 10-g samples of dry algae (*M. pyrifera*), collected from Bahía Tortugas, Baja California Sur (Mexico), during the summer of 1994 for the experiment of the effect of temperature and in the fall of 1990 for the experiment on treatment time, since this is a high-yield sample. The algae were ground to a 40 mesh size.

The samples were hydrated in a 0.1% formaldehyde solution, at a ratio of nine parts solution to one of algae, for 12 h, to facilitate reactions in the latter stages (McHugh, 1987).

Acid pre-extraction was conducted by washing the algae three times with 150 ml of

Las algas fueron molidas hasta un tamaño de 40 mallas.

Las muestras se hidrataron con solución de formaldehído al 0.1%, en una proporción de nueve partes de solución por una de algas, durante 12 h, para facilitar las reacciones en las etapas posteriores (McHugh, 1987).

La preextracción ácida se realizó mediante tres lavados del alga con 150 ml de agua destilada; se ajustó el pH a 4 con ácido clorhídrico 1N, manteniendo una agitación de 15 min en cada lavado, para permitir la transformación de las sales de alginato en ácido algínico, con la liberación de los iones calcio (Arvizu-Higuera *et al.*, 1995).

La etapa de extracción alcalina se llevó a cabo en dos formas: para la extracción en caliente se colocaron las muestras en un volumen de veinticinco partes de agua destilada por una de algas y se ajustó el pH a 10 con una solución de carbonato de sodio al 10%. Las muestras se mantuvieron en baño maría a 80°C, con agitación constante de 800 rpm durante 2 h. Para la extracción en frío se realizó el mismo procedimiento, excepto que la muestra se mantuvo en agitación a una temperatura de 28°C, por un tiempo de 2 h.

En ambos tratamientos, la pasta obtenida se diluyó con agua caliente y se filtró al vacío, con ayuda de tierra de diatomáceas y papel filtro Whatman No. 4. La solución clarificada se precipitó con cloruro de calcio al 10%, manteniendo una agitación constante. La muestra precipitada se filtró y las fibras de alginato de calcio se suspendieron en veinte partes de agua destilada por una parte de algas empleadas; se ajustó el pH a 2 con una solución de ácido clorhídrico 1N y se mantuvo en agitación por 15 min. Posteriormente, la muestra se decantó y se repitió el lavado dos veces más, ajustando el pH a 1.8, con el fin de convertir el alginato de calcio en ácido algínico.

Las fibras de ácido algínico se colocaron en una mezcla de alcohol y agua, en una proporción 1:1, en un volumen de 15 ml por gramo de alga. Se añadió una solución de carbonato de sodio al 10% hasta obtener un pH de 8. La muestra se mantuvo en agitación durante 1 h. El alginato de sodio obtenido se filtró, se prensó,

distilled water; in each washing, pH was adjusted to 4 with 1N hydrochloric acid and the mixture was stirred constantly for 15 min to allow for the transformation of the alginic salts to alginic acid, with the liberation of the calcium ions (Arvizu-Higuera *et al.*, 1995).

Alkaline extraction was carried out in two ways: for the hot extraction, the samples were placed in a volume of twenty-five parts distilled water to one of algae; pH was adjusted to 10 with a 10% sodium carbonate solution. The samples were kept in a water bath at 80°C, with constant agitation of 800 rpm for 2 h. The same method was used for the cold extraction, except that the sample was kept at 28°C and stirred constantly for 2 h.

In both treatments, the paste obtained was diluted with hot water and vacuum filtered, using diatomaceous earth and Whatman No. 4 filter paper. The clarified solution was precipitated with 10% calcium chloride while being constantly stirred. The precipitated sample was filtered and the calcium alginic fibers suspended in twenty parts distilled water to one part of algae; pH was adjusted to 2 using a 1N hydrochloric acid solution, keeping agitation constant for 15 min. The sample was later drained and rinsed two more times in the same manner, adjusting the pH to 1.8 in order to convert the calcium alginic to alginic acid.

The alginic acid fibers were placed in a mixture of alcohol and water, at a ratio of 1:1, using 15 ml of mixture per gram of algae. A 10% sodium carbonate solution was added until a pH of 8 was reached. The sample was stirred constantly for 1 h. The sodium alginic obtained was filtered, pressed and the fibers separated and dried in an oven at 50°C until constant weight. The sodium alginic yields were calculated based on the dry weight of the initial sample.

The viscosity of the alginic obtained was determined for both treatments. A 1% solution was prepared, adjusting the temperature to 25°C, and it was measured in a Brookfield LVT viscometer, at a speed of 60 rpm with the appropriate spindle. The viscosity was also determined after adding hexametaphosphate sodium to the solution (50% of the alginic weight), in

se desmenuzaron las fibras y se secaron en un horno a 50°C hasta peso constante y se calcularon los rendimientos de alginato de sodio con base en el peso seco de la muestra inicial.

Para ambos tratamientos se determinó la viscosidad del alginato obtenido; se preparó una solución al 1%, ajustando la temperatura a 25°C, y se midió en un viscosímetro Brookfield LVT, a una velocidad de 60 rpm con la aguja adecuada. También se determinó la viscosidad después de agregar hexametafosfato de sodio a la solución (50% del peso de alginato), con el fin de secuestrar el calcio presente en la muestra y determinar la viscosidad real de la solución.

(b) Determinación del efecto de la extracción en caliente (80°C) en función del tiempo de tratamiento

Para determinar el tiempo óptimo de extracción se variaron los tiempos de tratamiento alcalino, desde 90 hasta 165 min, con intervalos de 15 min.

En el primer estudio los experimentos se corrieron con cuatro réplicas y en el segundo con tres réplicas. La comparación de medias se realizó mediante una prueba *t* de Student.

RESULTADOS

(a) Efecto de la temperatura de extracción sobre el rendimiento y la calidad en términos de viscosidad

En la extracción en caliente se obtuvo un rendimiento promedio de 19.10%, mientras que en la extracción en frío el rendimiento promedio fue de 15.53%, lo que representa una diferencia de 3.57% mayor para el primer tratamiento, que estadísticamente fue significativamente diferente ($\alpha = 0.05$) (tabla 1).

La viscosidad promedio de la solución de alginato de sodio al 1%, después de agregar el secuestrante de calcio, fue de 398 cps para el proceso en caliente, mientras que en el proceso en frío la viscosidad fue de 466 cps, es decir, 14.59% más alta que en el primer proceso, pero estadísticamente no fue significativamente diferente ($\alpha = 0.05$) (tabla 1).

order to sequester the calcium present in the sample and determine the true viscosity of the solution.

(b) Effect of hot extraction (80°C) in terms of treatment time

In order to determine the best extraction time, the alkaline treatment times were varied, from 90 to 165 min, with 15 min intervals.

Four duplicate tests were run in the first study and three in the second. Student's *t*-test was used to compare the means.

RESULTS

(a) Effect of extraction temperature on yield and quality in terms of viscosity

An average yield of 19.10% was obtained in the hot extraction, whereas an average yield of 15.53% was obtained in the cold extraction. The difference was 3.57% greater in the first treatment and it was also statistically different ($\alpha = 0.05$) (table 1).

The average viscosity of the 1% sodium alginate, after adding the calcium sequestering agent, was 398 cps in the hot process and 466 cps in the cold process; in other words, it was 14.59% higher in the first process, but it was not significantly different ($\alpha = 0.05$) (table 1).

(b) Effect of treatment time in the hot extraction

Yield, in terms of treatment time, remained almost constant between the 90 and 165 min treatments, ranging from 26.53% (90 min) to 27.84% (120 min). There were no statistically different changes ($\alpha = 0.05$) (fig. 1).

The viscosity of the 1% solutions of the different treatment times was also not significantly different ($\alpha = 0.05$), ranging from 880 cps at 105 min to 746.7 cps at 165 min (fig. 2). Even though significant differences were not found between the viscosity values obtained, a slight decrease was observed at 105 min, when the highest viscosity value (880 cps) was obtained. However, the reduction in viscosity of the

Tabla 1. Efecto de la temperatura en la etapa de extracción en el proceso de producción de alginato de sodio.**Table 1.** Effect of temperature in the extraction stage during the process of sodium alginate production.

| | Tratamiento | | |
|---|-------------------------------|--|--|
| | Frío (28°C) | Caliente (80°C) | |
| Peso del alginato de sodio (g) | R1 R2 R3 R4 Media | 1.5034 1.6162 1.5977 1.4950 1.5531 | 1.9149 1.9402 1.8818 1.9044 1.9103 |
| Rendimiento (% base seca) | R1 R2 R3 R4 Media | 15.03 16.16 15.98 14.95 15.53 | 19.15 19.40 18.82 19.04 19.10 |
| Viscosidad en solución al 1% sin hexametafosfato de sodio (cps) | R1 R2 R3 R4 Media | 594 420 660 436 528 | 484 462 394 438 445 |
| Viscosidad en solución al 1% con hexametafosfato de sodio (cps) | R1 R2 R3 R4 Media | 512 374 588 388 466 | 450 402 360 380 398 |
| pH en solución al 1% | R1 R2 R3 R4 Media | 7.0 7.0 7.0 7.0 7.0 | 7.0 6.8 6.8 7.0 6.9 |

(b) Efecto del tiempo de tratamiento en la extracción en caliente

El rendimiento en función del tiempo de tratamiento se mantuvo aproximadamente constante entre los 90 y 165 min, variando de 26.53% (90 min) a 27.84% (120 min), sin presentar un cambio estadísticamente diferente ($\alpha = 0.05$) (fig. 1).

La viscosidad de las soluciones al 1% de los diferentes tiempos de tratamiento tampoco

120 min value was only 42.7 cps; this loss can, therefore, be justified, allowing the reaction to continue until 120 min in order to achieve maximum yield.

DISCUSSION

During the process of alginate production in the laboratory, the hot extraction (80°C) was more effective than the cold extraction, since 3.57% more was obtained in the first treatment,

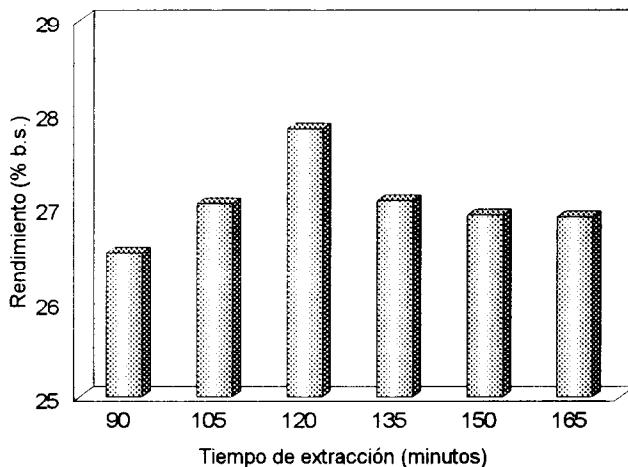


Figura 1. Efecto del tiempo de extracción sobre el rendimiento de alginatos, realizando la extracción en caliente (80°C). Muestra: *Macrocystis pyrifera*, Bahía Tortugas, BCS (Méjico), otoño de 1990.

Figure 1. Effect of extraction time on alginate yield in the hot extraction (80°C). Sample: *Macrocystis pyrifera*, Bahía Tortugas, BCS (Mexico), fall 1990.

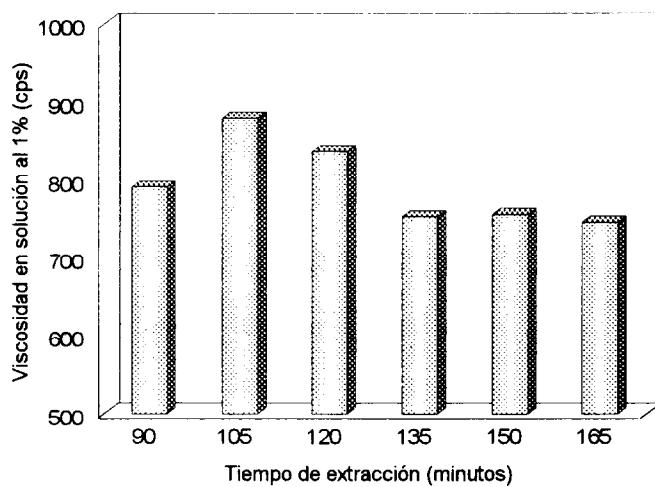


Figura 2. Efecto del tiempo de extracción sobre la viscosidad de los alginatos en solución al 1%, realizando la extracción en caliente (80°C). Muestra: *Macrocystis pyrifera*, Bahía Tortugas, BCS (Méjico), otoño de 1990.

Figure 2. Effect of extraction time on alginate viscosity in 1% solution during hot extraction (80°C). Sample: *Macrocystis pyrifera*, Bahía Tortugas, BCS (Mexico), fall 1990.

fueron significativamente diferentes ($\alpha = 0.05$), variando entre 880 cps a los 105 min y 746.7 cps a los 165 min (fig. 2). A pesar de no encontrar diferencia significativa en los valores de viscosidad obtenidos, se apreció un ligero decremento a partir de los 105 min, cuando se obtuvo el valor más alto de viscosidad (880 cps); sin embargo, en el siguiente valor, a los 120 min, la reducción de viscosidad sólo fue de 42.7 cps, por lo que se puede justificar esta pérdida, permitiendo que continúe la reacción hasta 120 min para lograr el rendimiento máximo.

DISCUSIÓN

En el proceso de producción de alginatos, a nivel laboratorio, la extracción en caliente (80°C) fue más efectiva que la extracción en frío, ya que se obtuvo 3.57% más en el primer tratamiento y fue significativamente diferente. La calidad del producto en términos de viscosidad fue ligeramente mayor en el tratamiento en frío; sin embargo, esta diferencia (67 cps) no fue estadísticamente significativa.

La obtención de mayores rendimientos en el proceso en caliente se debe a que las condiciones de extracción son más severas, facilitando el rompimiento de las paredes celulares del alga y la solubilización del alginato, mientras que en el proceso en frío algunas partículas de alga no son digeridas, conservando parte del alginato en su interior, lo que significa que bajo estas condiciones, se requiere un mayor tiempo de reacción (Haug, 1964).

A pesar de que las condiciones de extracción del proceso en caliente son más severas y puede ocurrir un rompimiento de las cadenas de los ácidos urónicos (Green, 1936), este efecto es mínimo en comparación con el tratamiento en frío, debido a que el tiempo de exposición es corto (2 h), de tal forma que el tiempo no es suficiente para degradar significativamente el alginato.

La extracción en frío tiene como ventaja el ahorro de energía que requiere el calentamiento; sin embargo, la disminución del rendimiento en 3.57% no justifica su aplicación, ya que los costos de producción son menores cuando se realiza el tratamiento en caliente durante 2 h.

as well as being significantly different. The quality of the product in terms of viscosity was slightly greater in the cold treatment; however, this difference (67 cps) was not significantly different.

The greater yields obtained in the hot process are due to the more severe extraction conditions, which facilitate the breakdown of the cellular walls of the alga and the solubility of the alginate; whereas in the cold process, some algal particles are not broken down, and part of the alginate remains inside, requiring a greater reaction time (Haug, 1964).

Although hot extraction conditions are more severe and a breaking of the uronic acid chains can occur (Green, 1936), this effect is minimal compared to the cold treatment, due to its short exposure time (2 h), which is not enough to significantly degrade the alginate.

One advantage of the cold extraction is the energy saved compared to the hot extraction; however, the 3.57% decrease in yield does not justify its use, since production costs are lower when the hot treatment is used for 2 h.

According to commercial standards (Kelco, 1986; Protan, 1983), the alginates obtained from both the cold and hot processes have a mean viscosity (400 cps) and high viscosity (800 cps) from the fall 1990 sample used to determine extraction time. Hernández-Carmona *et al.* (1991) suggested a 2-h, cold extraction method and obtained yields of 24.4% and viscosities of 440 cps (mean), which are similar to those reported in this study.

The alkaline extraction time of the range studied in the hot process (80°C) did not significantly affect the yield and viscosity of the final product, and resulted in a minimum extraction time of 90 min. However, from the chemical point of view, reaction does not end until there are no more increases in yield. If this level is desired, the minimum extraction time is 120 min, with a slight loss in viscosity (43 cps) with respect to the previous time (105 min).

High temperature and prolonged extraction times lead to the breaking of uronic acid chains and the consequential loss of viscosity in the sodium alginate (McHugh, 1987). However, once the optimum extraction time for obtaining high quality and yield is found, it can be used

De acuerdo con los estándares comerciales (Kelco, 1986; Protan, 1983), los alginatos obtenidos tanto en el proceso en frío como en caliente, presentan una viscosidad media (400 cps) y una viscosidad alta (800 cps) para la muestra de otoño de 1990, empleada para determinar el tiempo de extracción. Hernández-Carmona *et al.* (1991) proponen un método de extracción en frío durante 2 h, con rendimientos de 24.4% y viscosidades de 440 cps (media), los cuales son similares a los que se reportan en este estudio.

El tiempo de extracción alcalina en el intervalo estudiado, empleando el proceso en caliente (80°C), no tuvo un efecto significativo sobre el rendimiento y la viscosidad del producto final, por lo que se puede considerar como tiempo mínimo de extracción 90 min. Sin embargo, desde el punto de vista químico, la reacción concluye hasta que no se incrementa más el rendimiento; si se desea llegar a este nivel, el tiempo mínimo de extracción es de 120 min, con una pequeña pérdida de viscosidad (43 cps) respecto al tiempo anterior (105 min).

Las altas temperaturas y los tiempos de extracción prolongados conducen al rompimiento de las cadenas de ácidos urónicos con la consecuente pérdida de viscosidad del alginato de sodio (McHugh, 1987). Sin embargo, una vez que se ha encontrado el punto óptimo de extracción para obtener un producto de alta calidad y rendimiento, estos factores se pueden emplear para controlar la viscosidad del producto final, dependiendo del tipo de alginato que se desea obtener, ya que las diferentes industrias que emplean alginatos requieren productos con diferente viscosidad. Por ejemplo, para la elaboración de algunos productos alimenticios y cosméticos se emplean alginatos de 800-1,000 cps, para impresiones dentales se emplean viscosidades de 200-300 cps y la industria farmacéutica emplea de 5-10 cps (Protan, 1983). El conocimiento de las variaciones de viscosidad en función del tiempo de tratamiento permite tomar decisiones en el proceso de producción para lograr la viscosidad deseada. Estas variaciones también dependen del tipo de alga que se emplee y la fecha de recolección ya que puede presentar la misma tendencia, pero los valores de viscosidad en

to control the viscosity of the final product, depending on the type of alginates desired, since the different industries that use alginates require products with different viscosities. For example, in the production of some food products and cosmetics, alginates of 800-1,000 cps are used, dental impressions require viscosities of 200-300 cps, and the pharmaceutical industry requires 5-10 cps (Protan, 1983). Knowledge of the variations in viscosity in terms of treatment time will allow for the appropriate steps to be taken during the production process in order to achieve the viscosity desired. These variations can also depend on the type of alga used and the date collected, since the same tendency might occur, but viscosity values, in terms of time, could be different. Thus, each species used in a certain time should be analyzed to obtain their reduction curve.

CONCLUSIONS

During the process of alginate production in the laboratory, hot extraction (80°C), compared to cold extraction (28°C), favors the yield of the sodium alginate obtained in the final product, without significantly affecting quality in terms of viscosity. In this case, the minimum extraction time at 80°C for *Macrocystis pyrifera* in the range studied is 90 min, which results in an acceptable yield and quality.

English translation by Jennifer Davis.

función del tiempo son diferentes, por lo que cada especie que se emplee y en una temporada determinada debe ser analizada para obtener su curva de reducción.

CONCLUSIONES

En el proceso de producción de alginatos, a nivel laboratorio, la extracción en caliente (80°C), en comparación con la extracción en frío (28°C), favorece el rendimiento del alginato de sodio obtenido sin afectar significativamente la calidad, en términos de viscosidad, del producto final. En este caso, para *Macrocystis pyrifera*, el tiempo mínimo de extracción a 80°C

en el intervalo estudiado, con el cual se puede obtener un rendimiento y calidad aceptable, es de 90 min.

REFERENCIAS

- Arvizu-Higuera, D.L., Hernández-Carmona, G. y Rodríguez-Montesinos, Y.E. (1995). Sistemas en carga y en flujo continuo durante la etapa de preextracción ácida en el proceso de extracción de alginatos. Ciencias Marinas, 21(1): 25-37.
- Baranov, V.S., Locev, V.N., Guernet, N.A., Kuchumova, R.P. and Kuchumov, A.M. (1980). Method to obtain sodium alginate. Patent No. 707, 561, USSR.
- Bashford, L.A., Thomas, R.S. and Woodman, F.N. (1950). Manufacture from brown marine algae. J. Soc. Chem. Ind., 69: 337-343.
- Bescond, M.P. (1948). Procédé de traitement des tiges de laminaire verte ou séche afin d'obtenir des alginates de soude. Patente No. 940,035, Francia.
- Casas-Valdez, M.M. (1985). Cuantificación y caracterización parcial de alginatos de algunas especies de algas feofitas de las costas de México. Inv. Mar. CICIMAR, 2(1): 46-57.
- Casas-Valdez, M., Hernández-Carmona, G., Torres-Villegas, J.R. y Sánchez-Rodríguez, I. (1985). Evaluación de los mantos de *Macrocystis pyrifera* (sargazo gigante) en la península de Baja California (verano de 1982). Inv. Mar. CICIMAR, 2(1): 1-17.
- Clark, D.E. and Green, H.C. (1936). Alginic acid and process of making same. US Patent 2, 036, 922.
- Duville, C.A., Duville, J.L. y Panzarasa, E. (1974). Estudios básicos sobre ácido algínico de algas pardas del litoral patagónico. I. Pretratamiento ácido, su influencia y aplicación. CIBIMA, Contrib. Téc. 16. Buenos Aires, Argentina, 16 pp.
- Green, H.C. (1936). Process for making alginic acid and product. US Patent 2, 036, 934.
- Guzmán-del Prío, S.A., De la Campa, S. y Granados, J.L. (1971). El sargazo gigante (*Macrocystis pyrifera*) y su explotación en Baja California. Rev. Soc. Mex. de Hist. Nat. (Méjico), 32(12): 15-57.
- Haug, A. (1964). Composition and properties of alginates. Rep. 30, Norwegian Inst. of Seaweed Res., Trondheim, Norway, 123 pp.
- Hernández-Carmona, G. (1985). Variación estacional del contenido de alginatos en tres especies de feofitas de Baja California Sur, México. Inv. Mar. CICIMAR, 2(1): 29-45.
- Hernández-Carmona, G. y Aguirre-Vilchis, M. (1987). Propiedades de intercambio iónico de *Macrocystis pyrifera* durante la pre-extracción ácida, para la extracción de alginatos. Inv. Mar. CICIMAR, 3(2): 53-64.
- Hernández-Carmona, G., Rodríguez-Montesinos, Y.E., Torres-Villegas, J.R., Sánchez-Rodríguez, I. y Vilchis, M.A. (1989a). Evaluación de los mantos de *Macrocystis pyrifera* (Phaeophyta, Laminariales) en Baja California, México. I. Invierno 1985-1986. Ciencias Marinas, 15(2): 1-27.
- Hernández-Carmona, G., Rodríguez-Montesinos, Y.E., Torres-Villegas, J.R., Sánchez-Rodríguez, I., Vilchis, M.A. y García-de la Rosa, O. (1989b). Evaluación de los mantos de *Macrocystis pyrifera* (Phaeophyta, Laminariales) en Baja California, México. II. Primavera 1986. Ciencias Marinas, 15(4): 117-140.
- Hernández-Carmona, G., Rodríguez-Montesinos, Y.E., Casas-Valdez, M.M., Vilchis, M.A. y Sánchez-Rodríguez, I. (1991). Evaluación de los mantos de *Macrocystis pyrifera* (Phaeophyta, Laminariales) en Baja California, México. III. Verano 1986 y variación estacional. Ciencias Marinas, 17(4): 121-145.
- Hernández-Carmona, G., Vilchis, M.A. y Rodríguez-Montesinos, Y.E. (1992). Recirculación del ácido residual de la etapa de preextracción en el proceso de obtención de alginato de sodio. Ciencias Marinas, 18(1): 125-137.
- Hernández-Carmona, G., Casas-Valdez, M.M., Rodríguez-Montesinos, Y.E., Arvizu-Higuera, D.L., Vilchis, M.A. y Hernández-Valenzuela, R. (patente en trámite). Proceso optimizado para la obtención de fibras de alginato de calcio, ácido algínico, alginato de sodio y alginato de potasio. Centro Interdisciplinario de Ciencias Marinas, Centro Regional de Investigaciones Pesqueras, La Paz, BCS, 25 pp.
- Hirst, E.L., Percival, E. and Wold, J.K. (1964). The structure of alginic acid. Part 4. Partial

- hydrolysis of the reduced polysaccharide. J. Chem. Soc., pp. 1493-1994.
- Kelco (1986). Kelco algin hydrophilic derivatives of alginic acid for scientific water control. San Diego, Kelco Division of Merck and Co., Inc., 56 pp.
- Krefting, A. (1896). An improved method of treating seaweed to obtain valuable products therefrom. Brit. Patent 11, 538.
- LeGloahec, V.C.E. and Herter, J.R. (1938). Method of treating seaweeds. US Patent 2, 128, 551.
- Lukachyov, O.P. and Pochkalov, V.K. (1965). Method to obtain alginate from brown algae. Patent No. 200, 416, USSR.
- McHugh, D.J. (1987). Production, properties and uses of alginates. In: D.J. McHugh (ed.), Production and Utilization of Products from Commercial Seaweeds. FAO Fish. Tech. Pap., (288): 58-115.
- Myklestad, S. (1968). Ion-exchange of brown algae. Determination of rate mechanism for calcium hydrogen ion exchange for particles from *Laminaria hyperborea* and *Laminaria digitata*. J. Appl. Chem., 18: 30-36.
- Protan (1983). Protan Alginates. Protan A/S, 18 pp.
- Rodríguez-Montesinos, Y.E. y Hernández-Carmona, G. (1991). Variación estacional y geográfica en la composición química de *Macrocystis pyrifera* en la costa occidental de Baja California. Ciencias Marinas, 17(3): 91-107.
- Secconi, M.G. (1967). Procédé de fabrication d'alginates pariant des cystosires ou algues similaires, et produit industriel obtenu. Patente No. 1, 464, 840. Francia.
- Steiner, A.B. and McNeely, W.H. (1950). High-stability glycol alginates and their manufacture. US Patent 2, 494, 911.
- Tseng, C.K. (1945). Algina. En: Enciclopedia de la Tecnología Química. I. 1961. Ed. UTEHA, México, pp. 899-909.
- Zvered, D.I., Afonin, B.P., Sendzimerzh, A.L., Andrievskiy, Y.P., Petzakova, T.N. and Andrievskaya, V.V. (1969). Recovery of alginates from brown algae. Patent 229, 213, USSR.