



**TESIS**

**“EFECTO DE UN SISTEMA DE ELECTRO-SONICACIÓN-SECADO  
POR ASPERSIÓN EN LA MICROENCAPSULACIÓN DE EXTRACTO  
DE JAMAICA (*HIBISCUS SABDARIFFA L.*), UTILIZANDO GOMA  
ARÁBIGA Y MALTODEXTRINA COMO AGENTES AGENTES  
ENCAPSULANTES”**

QUE PRESENTA:

**CRISTIAN ALEJANDRO CARRANZA BENTURA.**

DIRECTORES DE TESIS:

**Dr. ISAAC ANDRADE GONZÁLEZ.**

**DRA. VANIA SBAYDE FARIAS CERVANTES.**

---

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE:  
**MAESTRO EN CIENCIAS EN AGROBIOTECNOLOGÍA**

---

TLAJOMULCO DE ZÚÑIGA, JALISCO. MAYO, 2024.



Tlajomulco de Zúñiga, Jal. **29/febrero/2024**  
No. DE OFICIO: DEPI/039/2024

Asunto: Autorización de impresión de tesis.

**CRISTIAN ALEJANDRO CARRANZA BENTURA (M20940382)**  
**CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRÍA**  
**EN CIENCIAS EN AGROBIOTECNOLOGÍA**  
**PRESENTE**

Por este conducto, tengo el agrado de comunicarle que el Comité Tutorial asignado a su trabajo de tesis titulado "EFECTO DE UN SISTEMA DE ELECTRO-SONICACIÓN-SECADO POR ASPERSIÓN EN LA MICROENCAPSULACIÓN DE EXTRACTO DE JAMAICA (*HIBISCUS SABDARIFFA L*) UTILIZANDO GOMA ARÁBIGA Y MALTODEXTRINA COMO AGENTES ENCAPSULANTES", ha informado a esta División de Estudios de Posgrado e Investigación (DEPI), que están de acuerdo con el trabajo presentado.

Por lo anterior, se le AUTORIZA a que proceda con la impresión definitiva de su trabajo de tesis.

Esperando que el logro del mismo sea acorde con sus aspiraciones profesionales, reciba un cordial saludo.

**ATENTAMENTE**

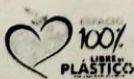
Excelencia en Educación Tecnológica®  
Educando para la Sociedad Actual y los Retos del Futuro

**MIGUEL ÁNGEL SEGURA CASTRUITA**  
**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS**  
**DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**  
**DEL TecNM CAMPUS TLAJOMULCO**



S.E.P  
TECNM  
14DIT0003B  
IT TLAJOMULCO  
DIV. DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO  
E INVESTIGACIÓN

Ccp.- Luz Elena Alfaro Orozco; Departamento de Servicios Escolares  
Expediente  
MIBR/RNP/MASC/cm<sup>2</sup>.





## ACEPTACIÓN DE PROPUESTA DE TESIS

Tlajomulco de Zúñiga, Jal., 19 de febrero del 2024.

**MIGUEL ÁNGEL SEGURA CASTRUITA**  
**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS**  
**DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN DEL ITT**  
**PRESENTE**

Por este conducto, los integrantes del Comité Tutorial del C. CRISTIAN ALEJANDRO CARRANZA BENTURA, con número de control M20940382, de la Maestría en Ciencias en Agrobiotecnología (MCAGB2011-19), le informamos que hemos revisado el trabajo de tesis profesional titulado: "EFECTO DE UN SISTEMA DE ELECTRO-SONICACIÓN-SECADO POR ASPERSIÓN EN LA MICROENCAPSULACIÓN DE EXTRACTO DE JAMAICA (*HIBISCUS SABDARIFFA L*) UTILIZANDO GOMA ARÁBIGA Y MALTODEXTRINA COMO AGENTES ENCAPSULANTES".

Y hemos encontrado que se han realizado todas las correcciones y observaciones que se le indicaron, por lo que hemos acordado aceptar el documento de tesis y le solicitamos la autorización de impresión definitiva.

**Isaac Andrade González**  
Doctor en Ciencias en las Disciplinas de  
Alimentos e Ingeniería Bioquímica  
5150025  
Director

**Vania Sbeyde Farías Cervantes**  
Doctora en Ciencias en Ingeniería Bioquímica  
9781028  
Codirectora

**Mayra Itzcalotzin Montero Cortés**  
Doctora en Ciencias y Biotecnología de Plantas  
7118037  
Revisora

**Arturo Moisés Chávez Rodríguez**  
Doctor en Ciencias Químicas  
7990496  
Revisor

C.c.p.- Luz Elena Alfaro Orozco.- Departamento de Servicios Escolares.  
C.c.p.- Expediente.  
AIBR/RNP/MASC/cm<sup>2</sup>



## CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN.....	7
1. ANTECEDENTES .....	9
1.1 Generalidades de la Jamaica.....	9
2.2 Compuestos principales de Jamaica ( <i>Hibiscus sabdariffa</i> L.).....	10
2.3 Antocianinas y sus beneficios.....	11
2.4 Secado por aspersión.....	12
2.5 Electro spray en el proceso de secado por aspersión.....	15
2.7 El secado por aspersión como método encapsulación de compuestos bioactivos.....	19
2.8 Secado por aspersión aplicando tecnologías emergentes.....	21
2.8.1 Electro spray o electropulverización.....	21
2.8.2 Boquillas ultrasónicas.....	26
2.9 Secado por aspersión con boquillas convencionales en extractos de jamaica. ..	28
2. JUSTIFICACIÓN.....	32
3. OBJETIVOS.....	33
Objetivo general.....	33
Objetivos específicos.....	33
4. HIPÓTESIS.....	33
5. MATERIALES Y MÉTODOS.....	34
6.1 Materia prima.....	34
6.2 Secado por aspersión convencional.....	34
6.2.1 Secado por aspersión asistido por electro-sonicación.....	35
6.3 Caracterización fisicoquímica.....	36
6.3.1 Contenido de humedad.....	36
6.3.2 Actividad de agua (Aw).....	37
6.3.3 Determinación de antocianinas totales (CAT).....	37
6.3.4 Antocianinas superficiales (CAS).....	39
6.3.5 Eficiencia de encapsulación (%).....	39
6.3.6 Determinación de la capacidad antioxidantes.....	40
6.3.6.1 Capacidad antioxidante mediante el método ABTS (ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico)).....	40

6.3.6.2 Capacidad antioxidante mediante el método de DPPH (2,2-difenil-1- picril- hidrazilo).....	42
6.3.7 Diseño experimental y análisis estadístico.....	44
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	45
7.1 Contenido de humedad.....	45
7.2 Actividad de agua.....	49
7.3 Contenido de antocianinas totales.....	52
7.4 Antocianinas Superficiales.....	55
7.5 Eficiencia de encapsulación.....	57
7.6 Capacidad Antioxidante.....	60
7.6.1 Capacidad antioxidante por el método DPPH.....	60
7.6.2 Capacidad antioxidante por el método ABTS.....	61
7.7 Perfil cromatográfico.....	64
7. CONCLUSIONES.....	67
8. ANEXOS.....	68
Anexo 1. Secador por aspersion y aspersor de nebulización utilizados.....	68
Anexo 2. Determinación del contenido de humedad en los polvos de jamaica.....	68
Anexo 3. Determinación de actividad del agua en los polvos de jamaica.....	69
Anexo 4. Determinación del contenido de antocianinas totales, superficiales y eficiencia de encapsulación.....	70
Anexo 5. Determinación de capacidad antioxidante.....	71
9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	72

## Índice de tablas

<b>Figura 1.</b> Flor de Jamaica ( <i>Hibiscus sabdariffa</i> ).....	9
<b>Figura 2.</b> Estructura general de las antocianinas.....	11
<b>Figura 3.</b> Esquematación del equipo de secado por aspersión.....	14
<b>Figura 4.</b> Boquilla de atomización ultrasónica.....	18
<b>Figura 5.</b> Sistema de electro-sonicación esquematizado.....	35
<b>Figura 6:</b> Curva de absorbancia del ABTS•+ con diferentes concentraciones del estándar Trólox (Fuente propia) .....	41
<b>Figura 7.</b> Curva de absorbancia del DPPH con diferentes concentraciones del estándar Trólox (Fuente propia) .....	43
<b>Figura 8.</b> Perfil cromatográfico de las antocianinas mayoritarias presentes en los polvos de jamaica obtenidos por un aspersor de nebulización: Pico 1 (delfinidina-3-sambubiosido) y pico 2 (cianidina-3-sambubiosido).....	64
<b>Figura 9.</b> Perfil cromatográfico de las antocianinas mayoritarias presentes en los polvos de jamaica obtenidos por secado por aspersión asistido por electro sonicación.: Pico 1 (delfinidina-3-sambubiosido) y pico 2 (cianidina-3-sambubiosido).....	66

## Índice de figuras.

<b>Tabla 1.</b> Contenido de humedad de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	45
<b>Tabla 1A.</b> Contenido de humedad de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	46
<b>Tabla 2.</b> Actividad de agua de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	49
<b>Tabla 2A.</b> Actividad de agua de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	50
<b>Tabla 3.</b> Contenido de antocianinas totales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	52
<b>Tabla 3A.</b> Contenido de antocianinas totales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	53
<b>Tabla 4.</b> Contenido de antocianinas superficiales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	55
<b>Tabla 4A.</b> Contenido de antocianinas superficiales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	56
<b>Tabla 5.</b> Eficiencia de encapsulación de antocianinas de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	57
<b>Tabla 5A.</b> Eficiencia de encapsulación de antocianinas de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	58
<b>Tabla 6.</b> Capacidad antioxidante por el método DPPH de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	60
<b>Tabla 6A.</b> Capacidad antioxidante por el método DPPH de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	61
<b>Tabla 7.</b> Capacidad antioxidante por el método ABTS de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.....	62
<b>Tabla 7A.</b> Capacidad antioxidante por el método ABTS de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.....	62

## **AGRADECIMIENTOS**

Quisiera expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas y al TECNM Campus Tlajomulco que han contribuido de manera significativa al desarrollo y culminación de este proyecto, el cual representa una importancia en mi trayectoria académica y profesional.

En primer lugar, deseo expresar mi profunda gratitud a mis directores de tesis, Dr. Isaac Andrade González y la Dra. Vania Sbeyde Farias Cervantes, por su orientación experta, apoyo inquebrantable y dedicación constante a lo largo de este proceso. Sus conocimientos, consejos y paciencia han sido fundamentales para la realización de esta investigación, y les estoy sinceramente agradecido por su guía invaluable.

Asimismo, deseo agradecer a todos los miembros de mi comité de tesis por su tiempo, sus comentarios constructivos y sus valiosas sugerencias, las cuales enriquecieron enormemente la investigación.

De una manera muy especial agradecer a mis compañeros y amigos Ing. Arquimides Tapia, Ing. Jennifer Rosas, M.C Juan Manuel Sandoval, M.C María Fernanda Cuevas, M.C Sandra Viridiana Alvarado, M. C Pedro Luis Maldonado, Ing. Diego Magaña, Ing. Ana Julia Cardoso, David Zepeda, quienes han compartido sus ideas, recursos y experiencias, enriqueciendo así el desarrollo de este proyecto. Su colaboración fue fundamental para alcanzar los objetivos planteados.

Finalmente, quiero agradecer a mi familia y amigos por su amor, comprensión y apoyo incondicional a lo largo de este exigente proceso. Su ánimo y aliento han sido mi fuente de inspiración y motivación en los momentos más desafiantes.

En resumen, mi más sincero agradecimiento a todas las personas e instituciones que han contribuido de alguna manera a la realización de este proyecto de investigación científica. Sin su colaboración, dedicación y apoyo, este logro no habría sido posible.

¡Muchas gracias a todos!



## 1. INTRODUCCIÓN

Las antocianinas, compuestos de gran interés industrial, destacan como fotopigmentos solubles en agua con múltiples aplicaciones tecnológicas, incluyendo su uso como colorantes naturales en sustitución de los sintéticos (Bridle y Timberlake, 1997). Además, se reconocen por sus propiedades bioactivas, como antioxidantes, antidiabéticas y cardioprotectoras (Chen et al., 2006). El extracto de Jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L.) emerge como una valiosa fuente de antocianinas, con tonalidades rojas vibrantes, lo que lo convierte en una opción atractiva para diversos productos alimenticios (Bridle y Timberlake, 1997). No obstante, la inestabilidad inherente de las antocianinas está influenciada por factores ambientales, químicos y las condiciones de procesamiento, así como la presencia de otros componentes en la matriz alimentaria (Kirca et al., 2007).

En respuesta a esta necesidad, se han desarrollado varias tecnologías de encapsulación para la industria de alimentos y farmacéuticas. Entre ellas, el secado por aspersión ha demostrado una alta eficiencia en la encapsulación de una amplia gama de ingredientes alimenticios y farmacéuticos (Ogrodowska, Tańska, Brandt, & Czaplicki, 2019). Esta técnica, basada en la atomización de un líquido a través de una boquilla, seguida de la evaporación del solvente en una cámara de secado controlada en términos de temperatura y humedad relativa, ofrece una solución simple y económicamente viable para la encapsulación industrial (Estevinho, Rocha, Santos, & Alves, 2013). Sin embargo, el uso de temperaturas elevadas durante este proceso puede comprometer la estabilidad del compuesto bioactivo de interés (Jafari et al., 2021). Por lo tanto, se ha vuelto imperativo buscar alternativas en el desarrollo de técnicas de secado que satisfagan las demandas de la industria. La creciente demanda del consumidor por productos encapsulados ha impulsado la innovación en este campo, promoviendo la búsqueda de soluciones que aseguren la estabilidad y eficacia de los compuestos bioactivos en aplicaciones industriales.

Las técnicas de secado emergentes mejoran la eficiencia de encapsulación de compuestos bioactivos al protegerlos en microestructuras con un material

encapsulante. Su objetivo es resguardar los compuestos de condiciones ambientales adversas y lograr estabilidad con liberación controlada (Drosou et al., 2022). Estas técnicas permiten la incorporación de compuestos en matrices alimentarias, generando productos funcionales (Nguyen et al., 2016). Este estudio se enfoca en evaluar el efecto de la electro-sonicación en el secado por aspersión del extracto de Jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L.).

El secado por aspersión asistido por electro-sonicación representa una convergencia de técnicas con fundamentos específicos. Entre ellas, destaca el proceso electrohidrodinámico, que emplea un campo eléctrico de alto voltaje para interactuar con partículas cargadas en un medio fluido. Esta metodología, cada vez más investigada en el secado de alimentos, promete mejoras significativas en la calidad del producto, eficiencia de encapsulación y rentabilidad económica (Anukiruthika et al., 2021; Wu et al., 2020). La capacidad de preservar los compuestos bioactivos incluso a temperaturas elevadas se posiciona como una ventaja clave (Liu et al., 2018; Niu et al., 2020). Por otro lado, el uso de sonicación de alta intensidad durante el proceso de secado por aspersión permite un control preciso del tamaño, forma y uniformidad de las gotas, utilizando frecuencias bajas para evitar daños en los compuestos bioactivos (Rajan & Pandit, 2001; Klaypradit & Huang, 2008; Dalmoro et al., 2012). Este enfoque innovador sienta las bases para explorar el efecto de un sistema de electro-sonicación en el proceso de microencapsulación de extracto de Jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L.), utilizando goma arábica y maltodextrina como agentes encapsulantes.

## 1. ANTECEDENTES

### 1.1 Generalidades de la Jamaica.

*Hibiscus sabdariffa*, conocida comúnmente como jamaica, es una planta perteneciente a la familia Malvaceae, originaria de África, pero cultivada en diversas regiones tropicales y subtropicales (Roselle, 2021). En términos de cultivo, la planta se adapta a climas cálidos y tropicales, siendo resistente a condiciones secas. Su historia cultural abarca diversas regiones, integrándose en las tradiciones culinarias y medicinales de África, Asia, América Latina y el Caribe, a menudo portando significados simbólicos. Esta planta se destaca por sus flores de vibrante color rojo, las cuales poseen múltiples aplicaciones en la culinaria, la medicina y la ornamentación (Liu et al., 2018).



**Figura 1.** Flor de Jamaica (*Hibiscus sabdariffa*).

En el ámbito culinario, los cálices secos de jamaica, es decir, las flores, son empleados en la preparación de infusiones, tés, aguas frescas, jarabes, postres y platillos tradicionales, aportando un sabor agrídulce y refrescante (Mohd-Esa et al., 2010). Su presencia en la industria textil también ha sido reconocida, al proveer un colorante natural para teñir fibras y textiles. No obstante, es fundamental destacar que, a pesar de sus atributos medicinales, se recomienda una consulta previa con profesionales de

la salud antes de incorporarla en tratamientos o dietas con propósitos terapéuticos. Asimismo, se le atribuyen propiedades medicinales, como potenciales efectos antioxidantes, antiinflamatorios y diuréticos, así como su influencia en la regulación de la presión arterial y el colesterol (Ali et al., 2015). Sin embargo, es importante señalar que la evidencia científica que sustenta estos atributos es limitada y requiere mayor investigación.

## **2.2 Compuestos principales de Jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L.).**

La jamaica (*Hibiscus sabdariffa*), una planta ampliamente utilizada en la preparación de infusiones y bebidas en todo el mundo, se distingue por su rica composición química y sus posibles beneficios para la salud. Las flores de jamaica son la parte principal de interés y han sido objeto de estudio debido a su contenido en diversos compuestos bioactivos que influyen en sus propiedades organolépticas y en sus efectos potenciales en la salud humana.

Uno de los componentes más notables de las flores de jamaica son las antocianinas, un grupo de pigmentos flavonoides que otorgan el característico color rojo intenso a las flores y que también se encuentran en otras frutas y vegetales de tonos similares. Estas antocianinas han sido ampliamente reconocidas por su potencial antioxidante, lo que significa que tienen la capacidad de neutralizar los radicales libres en el cuerpo y, por lo tanto, reducir el estrés oxidativo (Roselle, 2019). El estrés oxidativo está vinculado al envejecimiento y al desarrollo de enfermedades crónicas, y la presencia de antocianinas en la jamaica podría contribuir a su potencial para mejorar la salud en general.

Además de las antocianinas, la jamaica es una fuente significativa de vitamina C (ácido ascórbico). La vitamina C es un antioxidante soluble en agua que desempeña un papel crucial en el sistema inmunológico, la síntesis de colágeno y la protección contra los radicales libres. La presencia de vitamina C en la jamaica agrega a su perfil antioxidante y aporta beneficios adicionales para la salud.

Los polifenoles son otro grupo de compuestos bioactivos presentes en las flores de jamaica. Estos compuestos son conocidos por sus propiedades antioxidantes y

antiinflamatorias, lo que sugiere que la jamaica podría tener efectos positivos en la reducción de la inflamación en el cuerpo y, por lo tanto, en la prevención de enfermedades relacionadas con la inflamación crónica.

La jamaica también contiene varios ácidos orgánicos, incluidos el ácido málico y el ácido cítrico. Estos ácidos contribuyen al sabor distintivo de la bebida de jamaica y pueden tener efectos en la digestión y en la regulación del pH en el cuerpo.

Si bien las flores de jamaica ofrecen una gama de compuestos beneficiosos, es importante tener en cuenta que los niveles de estos compuestos pueden variar según el proceso de preparación y concentración de las infusiones o bebidas. Por lo tanto, al considerar los posibles beneficios para la salud de la jamaica, es esencial comprender cómo estos factores pueden influir en la composición final.

### 2.3 Antocianinas y sus beneficios.

Las antocianinas, pertenecientes a la clase de flavonoides, son pigmentos naturales de los tonos rojos, azules y morados en plantas, que exhiben propiedades antioxidantes y bioactividad en diversas áreas de la salud humana. A nivel estructural, presentan una base cromofórica compuesta por un anillo de benceno A fusionado con un anillo de pirano B, y conectado a un sistema de anillos de benceno C. La variabilidad en los sustituyentes en estos anillos y en las cadenas laterales R contribuye a la diversidad de colores y a la actividad biológica observada. Estas características estructurales también influyen en su capacidad para donar electrones y actuar como agentes antioxidantes al neutralizar especies reactivas de oxígeno.

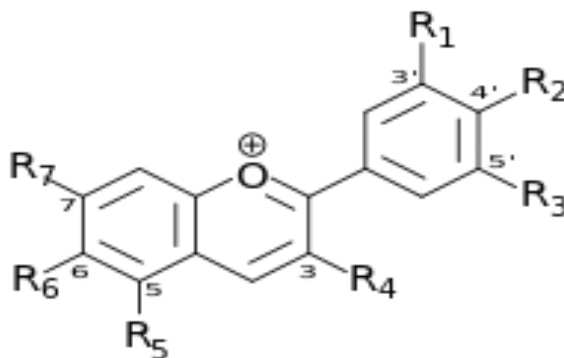


Figura 2. Estructura general de las antocianinas.

Destacan por sus propiedades antioxidantes, neutralizando radicales libres y previniendo daños celulares y de ADN. Además, muestran potencial en la mejora cardiovascular al favorecer la función endotelial, reducir la presión arterial y el colesterol LDL. Su acción antiinflamatoria se atribuye a la inhibición de enzimas y vías inflamatorias. En el ámbito cognitivo, protegen contra el estrés oxidativo y la inflamación, lo que podría tener implicaciones positivas en la función cerebral. Aunque la investigación es incipiente, se investiga su posible papel anticancerígeno al frenar el crecimiento celular y reducir la inflamación crónica asociada. También pueden impactar en la regulación de la glucosa y la sensibilidad a la insulina, siendo un interés para la diabetes tipo 2. Las antocianinas protegen la salud ocular al prevenir daños causados por radiación y oxidación, contribuyendo potencialmente a la prevención de enfermedades oculares relacionadas con la edad.

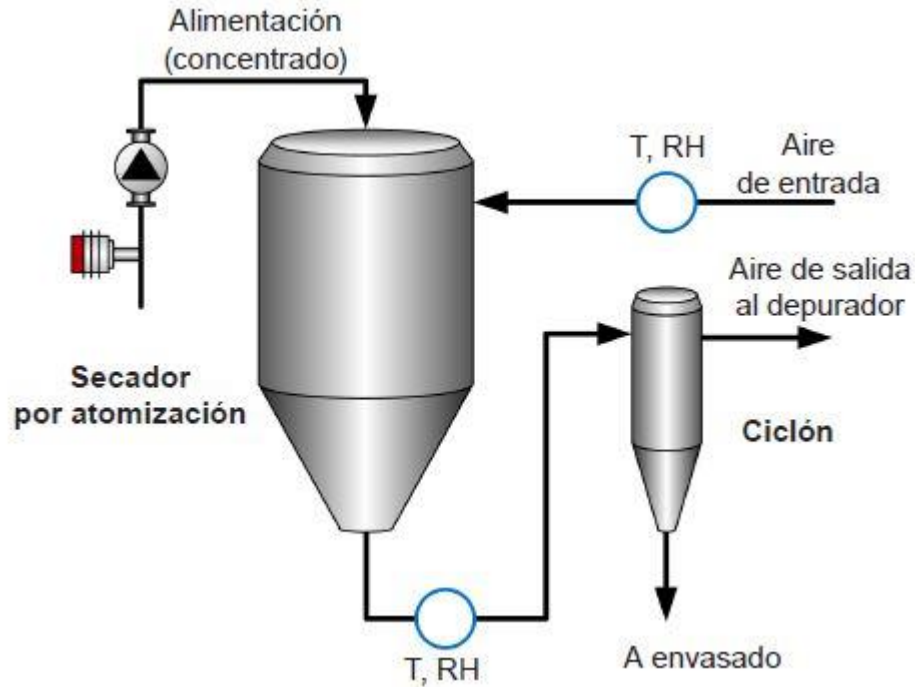
#### **2.4 Secado por aspersión.**

El proceso de secado por aspersión se inscribe en el dominio de las operaciones unitarias, siendo un procedimiento fundamental en la transformación de materiales. El secado por aspersión es un método continuo, simple y rápido, en el que un líquido o suspensión se transforma en partículas secas mediante su atomización en un medio de aire seco caliente (Masters, 1991). El mecanismo del secado por aspersión se puede entender de manera más precisa cuando se divide en las operaciones unitarias que de manera general se describe a continuación.

1. Atomización: Se logra al aplicar energía a la masa del líquido que va a ser procesado. Esta operación debe de producir una nube de líquido con una alta relación superficie-masa y dispersión del tamaño de partícula. El tipo de atomizador determina la energía requerida para formar la nube.
2. Contacto aire-gota: Existen tres formas de contacto aire-gota, las cuales son flujo paralelo, flujo contra corriente y flujo mixto.
  - El contacto en paralelo ocurre cuando las gotas caen por la cámara con el aire que fluye en la misma dirección. En esta disposición, las gotitas atomizadas que ingresan al secador están en contacto con el aire caliente de entrada, pero su

temperatura se mantiene baja debido a la alta tasa de evaporación que tiene lugar y está aproximadamente a la temperatura de bulbo húmedo. Este tipo de sistema es el más común con la atomización de disco rotatorio y de nebulización. La temperatura del producto final es más baja que la temperatura del aire de entrada.

- El contacto en contracorriente se logra cuando el aire de secado fluye en contracorriente a las gotas o partículas que caen. La temperatura del producto final es más alta que la del aire de salida y está casi a la temperatura del aire de alimentación con el que está en contacto. Este tipo de disposición se usa solo para productos resistentes al calor. Se suele utilizar la atomización por boquilla.
  - En el contacto de flujo mixto, el diseño del secador incorpora flujo a contracorriente y en paralelo. Este tipo de disposición se utiliza para secar polvo grueso de flujo libre y el tamaño de la cámara de secado es limitado, pero el inconveniente es la mayor temperatura de salida del producto. Hasta ahora ha sido el sistema más económico para un material que puede soportar la exposición a altas temperaturas en forma seca.
3. Evaporación: La evaporación se lleva a cabo de acuerdo a la velocidad, esta, y el tiempo son determinados por la temperatura del aire de secado, el coeficiente de transferencia de calor y el diámetro de la gota a secar.
  4. Recuperación del producto seco: La separación del producto seco se puede realizar en base a la cámara de secado (Secado primario), seguida de la recuperación de los polvos finos (Secado secundario) que puede estar constituido por ciclones, filtros bolsa, entre otros separadores.



**Figura 3.** Esquematación del equipo de secado por aspersión.

A medida que las microgotas interactúan con el aire cálido, el agua que impregna sus estructuras inicia un proceso gradual de transición de fase, en el que pasa del estado líquido al estado gaseoso. Este proceso, es una manifestación de la transferencia de calor y masa que ocurre en la interfaz entre las microgotas y el aire circundante (Brown y William 2020). En este proceso, los enlaces moleculares que mantienen unidas las moléculas de agua ceden ante el calor aportado, liberando así el vapor de agua al entorno circundante. La culminación de este proceso da lugar a la emergencia de partículas sólidas a partir de las microgotas que previamente constituían el fluido.

Estas partículas sólidas, como señala Green et al. (2021), poseen propiedades que varían en función de factores como el tamaño de las microgotas, la velocidad de evaporación y la temperatura del aire de secado, lo que impacta en su distribución de tamaño y su morfología final. De esta forma, los diversos productos en forma de polvo o microesferas, con un amplio espectro de aplicaciones industriales, surge a partir de este ballet de evaporación y transformación de fase, lo que concuerda con las observaciones de White y Black (2019) quienes indican que el secado por aspersión



es un proceso versátil y crucial en la producción de una amplia gama de productos, desde alimentos hasta productos farmacéuticos.

En la actualidad la incorporación de nuevas tecnologías como el electro spray o distintas boquillas de aspersión en el proceso de secado emerge como una estrategia innovadora que une dos procesos para obtener partículas sólidas de mayor uniformidad y tamaño reducido. Estas técnicas muestran un potencial significativo en aplicaciones que requieren partículas uniformes y finas, lo que la convierte en una herramienta valiosa en diversos sectores industriales y científicos.

### **2.5 Electro spray en el proceso de secado por aspersión.**

La sinergia entre la técnica de electro spray y el proceso de secado por aspersión presenta una metodología híbrida que fusiona la generación de microgotas mediante electro spray con la posterior evaporación y solidificación de dichas gotas en un ambiente de secado, resultando en la formación de partículas sólidas. Este enfoque se ha destacado como una estrategia innovadora para la obtención de partículas finas y uniformes en diversas aplicaciones industriales y científicas.

El electro spray, una técnica que involucra la aplicación de un alto voltaje a un líquido, induce la formación de un cono de gotas finas cargadas eléctricamente a partir de la superficie líquida. La repulsión electrostática entre estas gotas conlleva su fragmentación en microgotas altamente dispersas y diminutas. Esta técnica ha sido ampliamente explorada en campos como la nanotecnología, la biotecnología y la química analítica, debido a su capacidad de generar partículas extremadamente pequeñas y controlar su tamaño con precisión (Chen et al., 2011; Liu et al., 2019).

En el contexto del secado por aspersión, el electro spray se integra como el proceso de formación inicial de las microgotas que posteriormente serán sometidas al secado. Las gotas electrificadas se exponen a un medio de secado, como aire caliente, donde el solvente contenido en las gotas se evapora rápidamente. Este proceso resulta en la consolidación de partículas sólidas, polvo o microesferas (Yeo et al., 2011).

La convergencia del electrospray y el secado por aspersión permite la producción de partículas más pequeñas y uniformes en comparación con los métodos tradicionales de secado por aspersión.

Las ventajas inherentes a la aplicación del electrospray en el secado por aspersión son diversas:

1. **Control de Tamaño de Partícula:** El electrospray posibilita un control altamente preciso sobre el tamaño de las gotas iniciales, lo cual incide directamente en la uniformidad del tamaño de las partículas finales (Liu et al., 2019).
2. **Eficiencia Mejorada:** La generación de microgotas extremadamente finas por medio del electrospray incrementa la superficie disponible para la evaporación en el proceso de secado, optimizando la eficiencia de las transferencias de calor y masa.
3. **Calidad del Producto Elevada:** La generación de partículas uniformes y finas mediante el electrospray puede conservar más efectivamente las propiedades físicas y químicas inherentes al material original, resultando en productos finales de mayor calidad (Zhang et al., 2020).
4. **Aplicaciones Sensibles:** La técnica híbrida del electrospray en el secado por aspersión encuentra particular aplicabilidad en la producción de materiales avanzados, productos farmacéuticos y alimentos, así como en otras áreas donde se requiera el tratamiento de materiales sensibles al calor.
5. **Investigación y Desarrollo:** La integración de electrospray y secado por aspersión es una herramienta valiosa en la investigación y desarrollo de nuevos productos y materiales, permitiendo la obtención de partículas finas y uniformes con propiedades específicas (Chen et al., 2011).

## **2.6 Boquillas de atomización ultrasónicas.**

Las boquillas ultrasónicas para el secado por aspersión constituyen una vanguardia en la tecnología al fusionar los fundamentos de la atomización ultrasónica con el proceso convencional de secado por aspersión. Este enfoque innovador capitaliza las vibraciones ultrasónicas de alta frecuencia para descomponer el líquido en microgotas extremadamente finas, instaurando una eficiencia superior en el proceso de secado y propiciando la generación de partículas sólidas más homogéneas y de menor tamaño.

Esta unión entre atomización ultrasónica y secado por aspersión proporciona beneficios significativos a múltiples niveles:

1. **Atomización Mejorada:** Las vibraciones ultrasónicas emitidas por las boquillas fragmentan el líquido en gotas más pequeñas y uniformes en comparación con las técnicas de atomización tradicionales. Este efecto resulta en un incremento de la superficie de evaporación y acelera las transferencias de masa y calor, reforzando la eficiencia del proceso de secado.
2. **Control del Tamaño de Partícula:** Las boquillas ultrasónicas permiten un control más preciso sobre el tamaño de las partículas generadas. La producción de gotas más uniformes y diminutas conlleva una distribución de tamaños más estrecha, facilitando la obtención de un producto final con propiedades más homogéneas.
3. **Ahorro Energético:** Dado que la atomización ultrasónica optimiza la evaporación, es posible reducir los tiempos de secado, traduciéndose en un ahorro energético con respecto a los métodos tradicionales de secado por aspersión.
4. **Mejora en la Calidad del Producto:** La atomización ultrasónica, al conservar con mayor precisión las características físicas y químicas del material original, engendra productos finales de mayor calidad en términos de sabor, aroma y valor nutricional.

5. Aplicaciones Termosensibles: Las boquillas ultrasónicas encuentran especial relevancia en la producción de productos susceptibles al calor o termolábiles, como ingredientes farmacéuticos y alimentarios, ya que el proceso de secado ocurre a temperaturas más moderadas en comparación con los métodos convencionales. 6. Reducción de Residuos: La atomización ultrasónica minimiza la formación de partículas gruesas o aglomerados, disminuyendo el desperdicio y mejorando la eficiencia del proceso.



**Figura 4.** Boquilla de atomización ultrasónica.

La investigación actual respalda estas afirmaciones, con expertos como Smith et al. (2020) que destacan la optimización de la atomización mediante vibraciones ultrasónicas para mejorar la calidad de las partículas en el secado por aspersion. Además, Thompson y Brown (2019) hacen hincapié en cómo la atomización ultrasónica puede ser esencial en la producción de productos sensibles al calor.

## **2.7 El secado por aspersion como método encapsulación de compuestos bioactivos.**

La encapsulación es una técnica que permite transformar compuestos bioactivos líquidos (componentes volátiles, aceites esenciales y oleorresinas) en polvos estables que puedan fluir libremente, que sean fáciles de manejar e incorporar, conservando sus características naturales y optimizando su uso.

El proceso de encapsulación se define como el revestimiento de pequeñas partículas de líquidos, sólidos o gases con una delgada capa protectora de material de barrera o pared, la cual inhibe la volatilización y protege al material encapsulado contra condiciones ambientales adversas, como lo son los efectos de la luz, humedad, oxígeno, y el deterioro químico, además de brindar protección contra la radiación ultravioleta y exposición a productos peligrosos o tóxicos, contribuyendo a incrementar la vida de anaquel del producto y promoviendo la liberación controlada del encapsulado.

En micro y nanoencapsulación los tamaños de las partículas obtenidas se encuentran en micras ( $\mu\text{m}$ ) y nanomicras (nm) respectivamente. La selección del método de encapsulación está en función del tamaño de partícula requerido, las propiedades fisicoquímicas del material pared y de la sustancia a encapsular, las aplicaciones para el material, los mecanismos de liberación y costos.

En la encapsulación mediante secado por aspersion, en la micro o nanocápsula obtenida, al contenido interior se denomina núcleo, fase interna, relleno o agente activo y a la capa exterior, material portador, matriz o material de pared, la cual puede variar en su espesor o en el número de capas y generalmente no reacciona con el material a encapsular. El término microcápsula aplica para partículas que tienen tamaños que van desde  $1 \mu\text{m}$  a  $5000 \mu\text{m}$ , mientras que a las que son inferiores a  $1 \mu\text{m}$ , se les denomina nanocápsulas.

Las dos etapas principales en la micro y nanoencapsulación mediante secado por aspersión, es la emulsificación del material a encapsular utilizando materiales de pared biopolímeros como los almidones modificados, maltodextrinas y las gomas; la otra etapa es el secado, formándose una capa protectora lo suficientemente densa y al mismo tiempo fina para evitar mecanismos difusivos, siendo el secado por aspersión el método que domina en gran parte el mercado de protección de compuestos bioactivos.

El material a encapsular se dispersa en un acarreador coloidal (gelatina, almidón modificado, dextrinas o maltodextrinas, goma arábiga) y se adiciona un emulsificante, posteriormente la mezcla se homogeneiza para formar una emulsión aceite en agua, la cual se alimenta al atomizador. Dentro del secador, se evapora la fase acuosa, encapsulando el ingrediente activo dentro de un hidrocoloide o en una película proteínica. Los hidrocoloides en microencapsulación de compuestos bioactivos, pueden actuar como emulsificantes, siendo definidos como moléculas con superficie activa que absorben hacia la superficie de gotas formadas durante la homogeneización, formando una membrana protectora que evita que las gotas que vienen acercándose se aglomeren.

La mayoría de los emulsificantes usados en la industria química son moléculas anfifílicas como los surfactantes (proteínas y fosfolípidos). La mayoría de los polisacáridos son predominantemente hidrofílicos y algunos son hidrofóbicos. En este sentido, los biopolímeros deben de favorecer la formación de una emulsión, la cual contiene dos fases líquidas, de las cuales una es dispersada en glóbulos en la otra y que consta de dos líquidos inmiscibles generalmente agua-aceite. El secado por aspersión al ser utilizado como un método de encapsulación de compuestos bioactivos, permite controlar la liberación del material ocluido además de proteger de la degradación, o para separar un componente reactivo dentro de la formulación. Las barreras poliméricas se forman por una parte permeable con alta porosidad o una menos permeable con baja porosidad, lo cual determina el comportamiento de liberación controlada de los materiales del núcleo y la morfología de las microcápsulas.

## **2.8 Secado por aspersión aplicando tecnologías emergentes.**

### **2.8.1 Electrospray o electropulverización.**

Actualmente los estudios enfocados en la encapsulación mediante secado por aspersión aplicando la tecnología de electropulverización como técnica de aspersión, se han enfocado en las condiciones de procesamiento, características morfológicas de la partícula, la liberación de los compuestos bioactivos y su estabilidad. Con respecto a las condiciones de proceso y cambios en las características morfológicas (redondez) y resistencia mecánica, García-Salcedo et al., 2018, evaluaron estos parámetros en las micropartícula de mucílago de chia-alginato de sodio obtenidas en diferentes condiciones de proceso (voltaje: 11 -14 kV; distancia al colector: 505 -8.5 cm), presentando resultados que confirman la viabilidad de aplicar la electropulverización para producir partículas poliméricas con diferentes características morfológicas y mecánicas dependientes de las condiciones de proceso.

Respecto con la aplicación de la electropulverización, Gómez et al., 2017 evaluaron el impacto de la microencapsulación de extracto de té verde utilizando proteínas (gelatina y zeína) electro pulverizadas, evaluando la respuesta de superficie / volumen en la formulación de galletas y la capacidad protectora de ambos sistemas sobre las catequinas del té verde. Las soluciones de proteína – extracto de té verde se sometieron a condiciones de proceso utilizando un dispositivo de electrospray casero, equipado con una fuente de alimentación variable de alto voltaje (0 a 30 kV). Se empleó un voltaje 15 kV y velocidad del flujo constante del caudal de 0.2 mL/h para soluciones de gelatina, 15 kV y 0.15 mL/h para soluciones de zeína. a través de una jeringa de acero inoxidable (0.9 mm de diámetro interior) a una distancia de 10 cm.

Demostraron que las micropartículas con eficiencia de encapsulación de 90g / 100g, son efectivas en la estabilización de las catequinas durante un tratamiento térmico a 180°C por 12 minutos, conservando 85-90g /100g de su contenido inicial de catequinas, mientras estaban libres. Los resultados en la aplicación del microencapsulado sobre la matriz alimentaria fueron negativos ya que no presentaron protección enfatizando en la necesidad de evaluar el comportamiento de los sistemas de microencapsulación en condiciones reales de procesamiento de alimentos.

Con enfoque en la estabilidad y las características fisicoquímicas de las capsulas electropulverizadas, García et al., 2018 realizaron la caracterización fisicoquímica y estabilidad oxidativa de cápsulas electroprayadas cargadas con aceite de pescado: Uso combinado de proteína de suero y carbohidratos como materiales de pared. Utilizaron proteínas de suero y mezclas de carbohidratos (pululano y dextrano o jarabe de glucosa) para la encapsulación de aceite de pescado.

El proceso de electropray se realizó a escala de laboratorio y temperatura ambiente añadiendo las soluciones de biopolímero que contenían el aceite de pescado a una jeringa, que se colocó en una bomba de jeringa (New Era Pump Systems, Inc., EE. UU.). Se utilizó una aguja de 16 G (Proto Advantage, Canadá). Se aplicó un campo electrostático de alto voltaje entre la hilera de la jeringa y una placa colectora de 15x15 cm hecha de acero inoxidable utilizando una fuente de alimentación de alto voltaje (Gamma High Voltage Research, EE. UU.). Se seleccionó una conformación horizontal y la distancia entre la punta de la jeringa y la placa colectora fue de 15 cm. El caudal, que varía de 0.003 a 0.012 mL/min, y el voltaje aplicado, que varía de 17 a 20 kV, se optimizaron para estabilizar el cono de Taylor y evitar goteos o gotitas en el colector.

A escala de planta piloto, las soluciones de biopolímeros que contienen aceite de pescado se sometieron a electropray asistido por aire presurizado utilizando la herramienta piloto Fluidnatek™ LE500 Capsultek (Bioinicia S.L., Valencia, España) pendiente de patente. Las soluciones se procesaron utilizando caudales entre 1.5 y 1.8 mL/min y voltajes entre 10 y 15 kV. La recolección del polvo encapsulado se llevó a cabo en un colector ciclónico conectado a tierra como un polvo que fluye libremente.

Los resultados mostraron que las cápsulas con aceite de pescado emulsionado utilizando solo una emulsificación de rotor-estator exhibieron una mayor estabilidad oxidativa que las cápsulas en las que el aceite se emulsionó mediante homogeneización a alta presión. Además, las cápsulas de jarabe de glucosa (con un índice de peróxido, PV de  $19.7 \pm 4.4$  meq/kg de aceite y un contenido de 1-penten-3-ol de  $751.0 \pm 69.8$  ng / g de aceite) se oxidaron menos que las cápsulas de dextrano después de 21 días. de almacenamiento a 20 C (PV de  $24.9 \pm 0.4$  meq/kg de aceite y



1 penten-3-ol de  $1,161.0 \pm 222.0$  ng / g de aceite). Estos resultados indicaron el potencial de ambas combinaciones de proteína de suero, pululano y dextrano o jarabe de glucosa como materiales de cubierta para la encapsulación de AGPI omega-3 en nano-microcápsulas obtenidas por electrospray.

Dentro de los efectos que los parámetros pueden producir en las partículas electro pulverizadas se ha estudiado la naturaleza del polímero, el cual es uno de los primeros factores a considerar. Estos se han tratado de acuerdo con el objetivo de las partículas, el cómo mejorar la solubilidad y biodisponibilidad de los compuestos bioactivos o en la preparación de sistemas de liberación controlada. J.Xie et al., 2015, enumeraron los polímeros que comúnmente pueden ser utilizados en los procesos de electropulverización, donde demostraron que estos pueden ser sintéticos o naturales, contando con propiedades propias sobre el electro pulverizado. En general, los biopolímeros se definen como los adecuados para aplicaciones alimenticias.

- Smeets, Clasen Y Van den Mooter, 2017, llevaron a cabo un estudio donde definieron que la viscosidad de la solución juega un papel muy importante en la morfología y tamaño de la partícula electro pulverizada. Encontraron que a una viscosidad baja se producen partículas irregulares y con una viscosidad mayor se forman partículas ovaladas. Una solución de alta viscosidad produce la formación de fibras.
- Ngoc-Tram et al., 2018, establecieron que la viscosidad de la solución depende de los entrelazamientos moleculares de los polímeros. Por otro lado M. K. Kim et al., 2015, determinaron que la gota de vuelo se divide en gotas irregulares debido a la tensión superficial, llevando a la formación de partículas poli dispersas con morfología porosa o hueca. Definieron que cuando la viscosidad supera cierto valor, dado que el grado de entrelazamiento es alto, se forman partículas esféricas sólidas, y dan como resultado la formación de gotas densas.
- Shenoy et al., 2005, informó que la electropulverización se puede llevar a cabo cuando cada cadena tiene solo 1- 2,5 enlaces en la solución inicial.

La conductividad eléctrica de la solución también juega un papel crítico en el proceso de electropulverización.

- Mora & Loscertales, 2006, establecieron que la conductividad eléctrica está relacionada con la densidad de carga de una gota, afectando su tamaño a partir de la ruptura del chorro por la fuerza eléctrica aplicada. Concluyeron que existe una relación entre el tamaño de las gotas, la conductividad del líquido y el caudal. Cuanto mayor sea la conductividad de la solución, se obtendrán menores tamaños de partícula de las partículas electro pulverizadas.
- Faraji et al., 2017, establecieron que una conductividad excesiva aumenta la fuerza del campo eléctrico aplicada a las gotas, produciendo partículas alargadas.

La electropulverización es un proceso estricto, que una vez que el polímero y el disolvente están seleccionados, las propiedades de la partícula también se ven influenciadas por los parámetros del proceso.

- Songsurang et al., 2011, definieron como el voltaje aplicado entre el colector y el pulverizador como uno de los más importantes. Demostraron que un gradiente eléctrico suficiente es esencial para superar la tensión superficial de la solución de polímero y formar el cono de Taylor acelerando así el fluido y reproducir las gotas. Han descubierto que las partículas son grandes e irregulares cuando el voltaje aplicado es de 10 KV. Cuando el voltaje aplicado es de 13 kV, se forman pequeñas partículas con forma uniforme. Concluyeron que, con un voltaje aumentado, las partículas esféricas podrían alargarse para formar incluso fibras de perlas (en el caso de una alta concentración de polímero) como resultado de un mayor estiramiento y alargamiento de las partículas altamente cargadas.

Un segundo parámetro que se ha investigado en el proceso de electropulverización es el caudal. Brevemente, el tamaño pequeño de la partícula se obtiene debido a las velocidades de flujo bajas, mientras que las velocidades de flujo mayores generan un aumento en el tamaño de la partícula. Esto fue confirmado por Jafari Nodoushan et al., 2015, donde su investigación se basó en el efecto del caudal sobre el tamaño y la morfología de las partículas de poli (ácido láctico-co-glicólico). Cuando el caudal es de 1 mL/h, la mayoría de las partículas son esféricas. Cuando la tasa de flujo aumenta a 5 mL/h, el tamaño de la partícula se hizo más grande y la distribución del tamaño de partícula se hizo más amplia.

- Songsurang et al., 2011, encontraron que el proceso de electropulverización era más estable con uso de agujas de mayor calibre (diámetro interno más pequeño), y las partículas resultantes eran casi esféricas.
- Duong Nhat et al., 2016, estudiaron el efecto de la distancia entre la punta de la aguja y el colector, donde establecieron que, a voltajes constante, una distancia más corta es beneficiosa para producir mayor intensidad de campo eléctrico, reduciendo así el tamaño de partícula, considerando una evaporación insuficiente del solvente que típicamente resulta en coalescencia o agregación de las partículas húmedas. Por tanto, establecieron que es necesario mantener una distancia adecuada entre la punta de la aguja y el colector, para asegurar la suficiente evaporación del disolvente.

### **2.8.2 Boquillas ultrasónicas.**

Respecto al uso de las boquillas de atomización ultrasónica, Tatar et al., 2016 estudiaron la influencia de una boquilla de atomización ultrasónica en el secado por atomización y el almacenamiento sobre las propiedades del polvo y las microcápsulas de arándanos. Donde utilizaron un extracto de jugo de arándano y un mini secador por aspersión, modelo B-290 (Buchi Corporation) equipado con una boquilla ultrasónica (50–60 kHz) en un ajuste de 35 m<sup>3</sup>/h de velocidad de aspiración (100 %); y un rotámetro de atomización de aire de 601 L/h. Las condiciones de secado por aspersión para la boquilla convencional (dos canales) se estudiaron en experimentos preliminares, empleando como temperatura del aire de entrada de 120 y 180 °C, y concentración de maltodextrina o material de recubrimiento de 100 y 300 g/kg o 100 y 400 g/kg.

Los mejores resultados los obtuvieron a 125 °C de temperatura del aire de entrada, 9 W de potencia ultrasónica y 8 % de velocidad de bombeo, teniendo una diferencia significativa en el contenido fenólico total y el poder antioxidante de las microcápsulas producidas por una boquilla ultrasónica y una boquilla convencional, obteniendo una retención de antocianinas en los polvos que oscilo entre el 25 y el 85 %. Los polvos y microcápsulas de las boquillas ultrasónicas fueron uniformes y tenían superficies lisas y una distribución de tamaño estrecha, a diferencia de otros estudios que utilizaron tipos de boquillas convencionales para secar la antocianina de granada y las antocianinas de arándano microencapsuladas.

Los resultados del estudio apuntan a que la producción de polvos y microcápsulas de boquillas ultrasónicas es factible de usar como ingrediente funcional en la industria alimentaria ya que ayuda a proteger los colores.

- Legako & Turgut Dunford, 2010 evaluaron el efecto del diseño de la boquilla de atomización en las propiedades de las microcápsulas de aceite de pescado y proteína de suero. En su trabajo examinaron el efecto del tipo y diseño de boquilla sobre la eficiencia de encapsulación del aceite de pescado y las propiedades de las microcápsulas.

Se examinaron en un secador por atomización Buchi-290 (B-290, Flawil, Suiza) equipado con una boquilla de presión Buchi de 2 fluidos (líquido / gas) y en conjunto con el deshumidificador B-296 (B-296, Flawil, Suiza) equipado con un pre-intercambiador de calor que se utilizó para los experimentos de microencapsulación. La emulsión preparada previamente se secó en un ambiente de nitrógeno donde se hizo circular gas nitrógeno comprimido (Airgas, Tulsa, Oklahoma, EE.UU.) a través del secador por atomización. La humedad evaporada se pasó a través del deshumidificador y se condensó en una botella de recogida. La temperatura de entrada del gas nitrógeno fue de 180 °C. La temperatura de salida, que depende de la temperatura de entrada, fue de  $90 \pm 2$  °C. La emulsión se entregó a la boquilla a través de una bomba peristáltica que se construyó en el sistema de secado por aspersión a una velocidad del 10% (2.75 ml/min).

La boquilla ultrasónica mostró una distribución de tamaño de partícula significativamente más estrecha que las otras boquillas. Este estudio se demostró que los nuevos diseños de boquillas que eliminan la preparación de la emulsión antes del secado por aspersión pueden ser beneficiosos para las aplicaciones de microencapsulación. Sin embargo, sugieren que todavía es necesario realizar investigaciones para mejorar la eficiencia de la microencapsulación de las boquillas de atomización de múltiples canales.

## 2.9 Secado por aspersión con boquillas convencionales en extractos de jamaica.

Los estudios realizados sobre la implementación del secado por aspersión, engloban singulares aplicaciones y metodologías, dentro de los cuales se encuentran los desarrollados por:

- Archaina et al., 2019 quienes evaluaron las propiedades físicas y funcionales del extracto de Rosell (*Hibiscus sabdariffa* L.) secado por aspersión con mezclas de maltodextrina y goma arábica.

En su estudio emplearon un extracto acuoso de cálices secos de Rosell (15 % p/v) y mezclas en diferentes concentraciones (95:5, 85:15 y 70:3) de agentes encapsulantes de maltodextrina y goma arábica respectivamente.

Utilizaron un secador por aspersión (Mobile Minor 2000, GEA Niro, Dinamarca) con una bomba peristáltica (Waston - Marlow 520S, EE. UU.). El equipo fue operado en co-corriente, con una boquilla neumática de dos fluidos como atomizador, estableciendo los siguientes parámetros (elegidos después de estudios preliminares): temperatura del aire de entrada de 180 °C, temperatura del aire de salida de 80 °C, caudal de alimentación 12.0 ml/min y presión de aire de atomización 0.8 bar.

Las mezclas de maltodextrina y goma arábica resultaron una muy buena opción para producir polvos de Rosell con excelentes propiedades físicas: bajo contenido de humedad (<1.7g H<sub>2</sub>O/100 g materia seca) y actividad de agua (<0.26); alta temperatura de transición vítrea (42–48 °C) y muy alta solubilidad (> 99%). Los polvos mostraron una baja cohesión y una muy buena fluidez. Una mayor proporción de goma arábica en la matriz mejoró la retención de antocianinas (171.21 ± 0.13 mg cianidina 3-glucósido/100 g materia seca), polifenoles (465.80 ± 0.13 mg GAE / 100 g materia seca) y la capacidad antioxidante (95.5 ± 0.82 mmol Trolox / kg materia seca). Los resultados mostraron que estos polvos se pueden aplicar como un producto instantáneo de “agua de Jamaica”, lo que brinda un método de preparación fácil para el consumidor. La capacidad antioxidante de los polvos de Rosell reconstituidos fue similar a la de los jugos recién exprimidos de mango y piña, lo que sugiere que esta bebida podría proporcionar un aporte funcional relevante.

- Dos Santos et al., 2019 estudiaron la producción y caracterización de *Hibiscus sabdariffa* L. mediante secado por aspersión utilizando diferentes boquillas de aspersión y agentes portadores.

Los extractos se obtuvieron mezclando flores de *Hibiscus sabdariffa* L. con agua destilada acidificada (ácido cítrico al 2%) en relación disolvente: flor (1: 1, v/p). Las formulaciones de suspensión se definieron aplicando la Metodología de Superficie de Respuesta (RSM), utilizando un diseño de centroide simplex de siete tratamientos, todos realizados por triplicado. Cada suspensión se preparó con extracto de *Hibiscus sabdariffa* L. al 90% y se usó un agente encapsulante al 10% (p/p) (goma arábica, quitosano y maltodextrina) solo y combinado. Los extractos fueron secados en un secador por aspersión a escala de laboratorio (LABMAN modelo LM MSD 1.0) y se utilizaron boquillas de atomización de 0.7, 1.0 y 1.2 mm de diámetro. La emulsión de muestra se alimentó al secador con una velocidad de 0.5 L/h y una velocidad de flujo de aire comprimido de 35 L/h. La temperatura de entrada del aire de secado fue de 180 °C.

Los resultados mostraron que el rendimiento, las propiedades químicas y antioxidantes del polvo de extracto de *Hibiscus sabdariffa* L. obtenido por atomización fueron influenciadas por el agente portador y el diámetro de la boquilla del aspersor. La mezcla de goma arábica y quitosano con boquilla de atomización de 1.0 mm de diámetro proporcionó un polvo con mayor contenido de antocianinas y capacidad antioxidante y micropartículas con estructuras homogéneas, además mostró baja actividad de agua, alta solubilidad. Independientemente de la formulación, los polvos mostraron baja actividad de agua (<0.27) e higroscopicidad (<20%), lo que garantiza un buen manejo y mostró una alta solubilidad (> 77%). Por lo tanto, se concluyó que tanto los agentes encapsulantes como el diámetro de la boquilla del aspersor influyeron en el rendimiento y las propiedades químicas y antioxidantes de *Hibiscus sabdariffa* L.

- Diaz et al., 2015 evaluaron la cinética de liberación y disolución del extracto de Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) secado por aspersion encapsulado con diferentes agentes portadores.

Emplearon un extracto de *Hibiscus sabdariffa* L. y diferentes agentes encapsulantes (maltodextrina, pectina, gelatina, carboximetilcelulosa, proteína de suero, carragenina y goma arábica) preparados según las siguientes concentraciones (g 100 mL<sup>-1</sup>): 7.5, 3.0, 3.0, 0.5, 4.0, 1.0, y 4.0 respectivamente. El secado por atomización lo realizaron en un secador por aspersion a escala piloto bajo las siguientes condiciones: diámetro de la boquilla 0.5 mm, presión de aire del compresor 400 ± 50 kPa, caudal de alimentación 7.5 mL/min y temperatura del aire de entrada y salida 155 ± 4.1 °C y 55 ± 2 °C, respectivamente. La alimentación se asperjo con un atomizador rotatorio con un flujo de aire producido por un soplador con un caudal de aire de 56 ± 2 m<sup>3</sup>/h.

Como resultados obtuvieron que las partículas obtenidas exhibieron una distribución de tamaño casi mono-modal o bimodal, lo que indica dos tamaños predominantes. La distribución de frecuencia del tamaño medio de los polvos se comportó, significativamente, como una distribución normal. Las partículas de pectina retuvieron la mayor cantidad de polifenoles después del proceso de secado (98.20 mg GAE/100 mg GAE de concentrado de Rosell) y liberó la mayor cantidad de compuestos fenólicos (79.48 mg GAE/100 mg GAE en las partículas) durante un tiempo más largo. Las partículas obtenidas con la pectina como agente encapsulante (9 µm como tamaño medio) fueron significativamente homogéneas (93.45 g/100 g de polvo), siendo el encapsulante más adecuado en comparación con los otros agentes utilizados.

- González et al., 2009 investigaron el efecto de la temperatura sobre el secado por aspersion de extractos de Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.).

Los extractos los obtuvieron mediante maceración con 7 L de etanol al 30% (v/v), y 560 g de cálices frescos durante 168 h. Los extractos fueron secados en un secador por aspersion NIRO (con capacidad para evaporar 40 kg de agua por hora) con un atomizador de disco rotatorio. La temperatura de salida se fijó en 80 ° C y la



atomización se mantuvo a 26,000 rpm. Se insertó un tubo de plástico flexible dentro de un recipiente y se conectó a una bomba peristáltica de flujo variable. El tubo de salida flexible de la bomba se conectó directamente a la entrada de alimentación de líquido del atomizador. Se utilizaron siete temperaturas de entrada: 150, 160, 170, 180, 190, 200 y 210 °C.

Los mejores resultados los obtuvieron una temperatura del aire de entrada de 190 °C en términos de composición con respecto a los otros tratamientos, ya que con esta temperatura se pudo lograr preservar la mayor concentración de compuestos volátiles presentes en el extracto líquido original y en un análisis sensorial de aceptabilidad mostró ser también la mejor muestra de polvo. Este trabajo sugiere que la temperatura del aire de entrada del secado por atomización tiene un efecto significativo en la concentración de compuestos volátiles del extracto líquido de Roselle y por lo tanto en su aceptación.

## **2. JUSTIFICACIÓN.**

El secado por aspersión conjugado con la microencapsulación es una alternativa para conservar los compuestos bioactivos, por ejemplo: antocianinas, dentro de diferentes matrices de biopolímeros o agentes encapsulantes en productos en polvo de alta calidad, promoviendo la vida útil del producto. Esta técnica aumenta la posibilidad de protección de los compuestos de interés durante el procesamiento y digestión de los alimentos, mejorando su biodisponibilidad, conservación y estabilidad. Sin embargo, esta técnica presenta como desventaja, la acción de altas temperaturas durante el proceso provocando así la degradación de los ingredientes bioactivos y las propiedades físicas de los polvos que son a menudo las más afectadas en las partículas asperjadas.

La tendencia actual, se enfoca en el estudio de nuevas tecnologías de aspersión, como el uso de técnicas de electropulverización y ultra sonicación. Sin embargo, al presentarse una combinación de técnicas de aspersión, las características centrales de las partículas se manipulan y diseñan específicamente para satisfacer una necesidad impulsada por la aplicación, que actualmente no existe, desde entrega dirigida a liberación controlada y detección. Esto demuestra la naturaleza holística de estas tecnologías emergentes; que a menudo se pasa por alto. Estas propiedades dependen principalmente de varias variables como el flujo de alimentación, las condiciones de presión y velocidad de atomización, la concentración de la alimentación, la temperatura del aire de secado y la concentración del agente portador, entre otras. Debido a lo anterior es necesario seguir estudiando y trabajando en la aplicación de novedosos sistemas de aspersión, ya que la atomización es la operación más importante del proceso de secado se puede implementar de diversas formas de energía para dispersar un líquido en gotas finas, lo cual tiene repercusión en el control de los rendimientos, tamaños y morfologías de las partículas, ya que estos factores tienen un gran impacto en las propiedades físicas finales de los polvos finales, por tal motivo se planteó en el proyecto de investigación los siguientes objetivos.

### 3. OBJETIVOS.

#### Objetivo general.

- Evaluar el efecto de un sistema de electro-sonicación sobre el secado por aspersión de extracto de Jamaica (*Hibiscus sabdariffa L.*).

#### Objetivos específicos.

- Caracterizar las propiedades físico-químicas y antioxidantes de las partículas obtenidas mediante el electro sonicado secado por aspersión.
- Evaluar las condiciones operativas del electro-sonicación secado por aspersión sobre las propiedades físicas, químicas y fisicoquímicas del microencapsulado de extracto de jamaica (*Hibiscus sabdariffa L.*).
- Identificar el punto óptimo para alcanzar una mayor eficiencia de microencapsulación de las antocianinas presentes en el extracto de jamaica (*Hibiscus sabdariffa L.*), mediante el electro sonicado secado por aspersión.

### 4. HIPÓTESIS.

“El sistema de electro-sonicación secado por aspersión tendrá un efecto el cual permita obtener mayor homogeneidad entre el agente encapsulante y las antocianinas presentes en el extracto de jamaica (*Hibiscus sabdariffa L.*), formando una película con capacidad de resistencia al manejo y que mejore la eficiencia de encapsulación”.

## 5. MATERIALES Y MÉTODOS.

### 6.1 Materia prima.

El extracto concentrado de jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L) fue donado por la empresa “Análisis Integrales en Alimentos LIDIA S.C de R.L de C.V. con una concentración de antocianinas estandarizada a 6 mg/g de materia seca. Se preparó la mezcla de maltodextrina - goma arábiga (50:50) en una proporción de 99 % del extracto y 1 % mezcla de agentes encapsulantes. La mezcla se homogenizó a 14,000 rpm durante 1 h a temperatura ambiente.

### 6.2 Secado por aspersión convencional.

El secado por aspersión convencional se realizó utilizando un secador por aspersión (NIRO-Production mirror®, Dinamarca), escala piloto; sección cilíndrica de la cámara de secado de 1.2 m de diámetro y 1.0 m de altura, sección cónica 0.7 m de altura y 0.3 m de diámetro de salida de fondo. El secado por aspersión se llevó a cabo siguiendo las condiciones operativas mostradas en la tabla 1.

El control del caudal de alimentación se controló por una bomba peristáltica de caudal variable (Watson Marlon, 504U) conectada a un tubo de plástico flexible dentro de un recipiente y una entrada de líquido del atomizador. Los polvos obtenidos se recolectarán, pesarán y serán almacenados en frascos ámbar con capacidad de 1 Kg, evitando el contacto directo con la luz.

**Tabla 1.** Condiciones y rangos de operación del secado por aspersión convencional.

Condiciones operativas	Rangos
Temperatura de Entrada	120 – 150°C
Flujo de alimentación	4 – 6 %
Presión de aire	3 – 4

### 6.2.1 Secado por aspersión asistido por electro-sonicación.

El secado por aspersión asistido por electro-sonicación se realizó utilizando un secador por aspersión (NIRO-Production mirror®, Dinamarca), escala piloto; sección cilíndrica de la cámara de secado de 1.2 m de diámetro y 1.0 m de altura, sección cónica 0.7 m de altura y 0.3 m de diámetro de salida de fondo. El dispositivo de electro-sonicación fue proporcionado por la empresa “Análisis Integrales en Alimentos LIDIA S.C de R.L de C.V., está conformado por un sistema de sonicación, una fuente de alimentación de voltaje y un sistema de control de pulsos eléctricos, dicho sistema se incorporó al sistema de secado por aspersión convencional (figura 1), posteriormente se establecieron las condiciones de operación basados en las especificaciones del dispositivo las cuales se muestran en la tabla 2. El control del caudal de alimentación se controló por una bomba peristáltica de caudal variable (Watson Marlon, 504U) conectada a un tubo de plástico flexible dentro de un recipiente y una entrada de líquido del atomizador. Los polvos obtenidos se recolectarán, pesarán y serán almacenados en frascos ámbar con capacidad de 1 Kg, evitando el contacto directo con la luz.

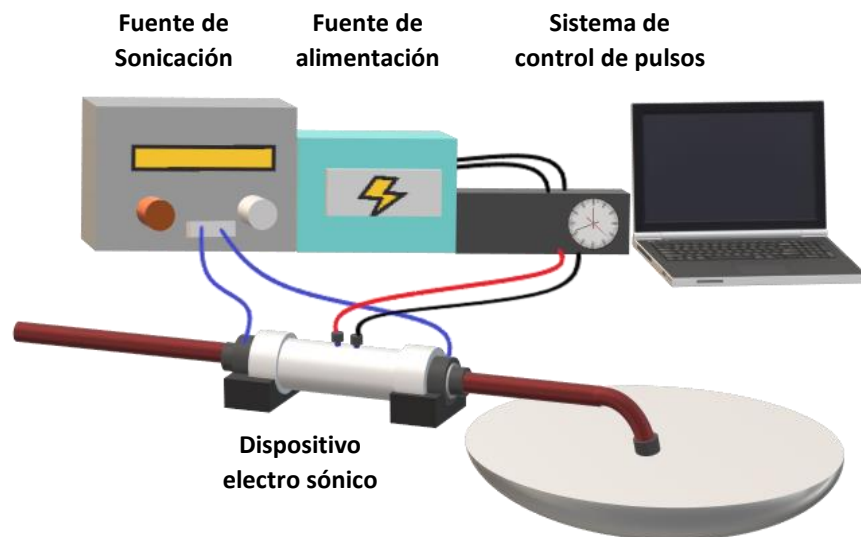


Figura 5. Sistema de electro-sonicación esquematizado.

**Tabla 2.** Condiciones y rangos de operación del secado por aspersión asistido por electro-sonicación.

Condiciones operativas	Rangos
Temperatura de Entrada	120 – 150°C
Flujo de alimentación	4 – 6 %
Presión de aire	3 – 4 bar
Voltaje	5 kV / min
Número de Pulsos / min.	20 – 30
Tiempo de Sonicación	10 – 15 min.

### 6.3 Caracterización fisicoquímica.

#### 6.3.1 Contenido de humedad

El contenido de humedad de las muestras de polvos se determinó mediante el método gravimétrico adaptado de la AOAC (AOAC, 1990). El análisis se realizó por triplicado, pesando 1 g de muestra (polvo), utilizando una estufa de secado (Estufa Thermo Scientific PR305155G) a 105 °C hasta lograr peso constante. El contenido de humedad fue calculado mediante la ecuación 1 y los resultados fueron expresados en g H<sub>2</sub>O por cada 100 g de materia seca.

$$\text{Contenido de humedad en base seca} = \frac{M_2}{M_1 - M_2} * 100$$

donde: M<sub>1</sub>: Peso de la muestra antes del secado (g), M<sub>2</sub>: Peso de la muestra después del secado (g)

### **6.3.2 Actividad de agua (Aw)**

La medición de la actividad de agua (Aw) se llevó a cabo siguiendo la metodología descrita por Farias *et al.* (2016). Utilizando 1 g de muestra en polvo para su posterior lectura en un medidor de actividad de agua (AQUALAB®, modelo LEER, EE.UU.), la muestra fue evaluada por triplicado para su análisis estadístico.

### **6.3.3 Determinación de antocianinas totales (CAT).**

La concentración de antocianinas se determinó por el método de pH diferencial. Son biomoléculas que experimentan una transformación reversible con los cambios de pH manifestándose un cambio en la absorbancia. La diferencia en la absorbancia a la longitud de onda de máxima absorción es proporcional al contenido de antocianinas. Las mediciones se realizaron utilizando un espectrofotómetro de luz ultravioleta-visible, contra un blanco de agua destilada, la concentración de antocianinas obtenida en mg cianidina-3-glucósido/100 mL de la muestra se expresó en mg/g.

#### **Preparación del Buffer pH 4.5**

Se mezclaron 32.812 g de acetato de sodio en 980 mL de agua bidestilada para obtener una solución 0.4 M, se agito hasta que se disolvió completamente, posteriormente se agregó HCl concentrado hasta llegar a un pH 4.5, y finalmente aforando en un matraz volumétrico de 1L.

#### **Preparación del Buffer pH 1.0**

Se preparo una solución 0.025 N, que consiste en disolver 1.86 g de KCl en 980 mL de agua bidestilada, se agitó hasta disolver completamente, una vez disuelto se agregó HCl concentrado hasta llegar a un pH 1.0, se transfirió a un matraz volumétrico aforando a 1 L.

Cada uno de los Buffer, se almacenaron en refrigeración, siendo estable hasta por cuatro meses, se recomienda verificar siempre el pH antes de su uso.

## **Análisis de la muestra**

La concentración de antocianinas totales (CAT) presentes en el microencapsulado de extracto de jamaica fue determinado por el método de pH diferencial descrito por (Giusti, 2001). Considerando una dilución inicial tomando 0.1 g de polvo y diluyendo en 10 mL de agua destilada, posteriormente se tomó 1 mL de la dilución y se agregó a un matraz volumétrico de 10 mL, aforando con el Buffer correspondiente. Se estableció un factor de dilución (1:10) siendo el adecuado para obtener una absorbancia menor de 1.0 nm. Es importante señalar que la muestra no debe de exceder el 20% del volumen del buffer. Se considero un tiempo de reacción y estabilización de 15 minutos, posteriormente se realizó la lectura a absorbancias de 520 y 700 nm en un espectrofotómetro (Perkin-Elmer® Lambda XLS UV/Vis, USA) usando como blanco agua destilada (Skrede, 2000). La concentración de las antocianinas se expresará como de extracto de acuerdo con la expresión siguiente (Lee, 2005).

Para obtener la absorbancia total se determinará con las siguientes ecuaciones:

### **Ecuación 2. Absorbancia Total**

Absorbancia Total = (Abs 520 - Abs 700) pH 1.0 - (Abs 520 - Abs 700) pH 4.5

Para obtener antocianinas totales se determinó con la siguiente ecuación:

### **Ecuación 4. Antocianinas Totales**

$$AT = \left( \frac{mg}{L} \right) = \frac{ABS * PM * FD * 1000}{(e)} \quad \text{Ecuación (2)}$$

Dónde: AT= Antocianinas Totales, ABS = Absorbancia, e = Coeficiente de extinción 26900, FD = Factor de dilución, PM = Peso molecular de la antocianina como cianidina-3-glucosido = 449.2, 1000 = Factor de conversión de gramos a miligramos.



#### **6.3.4 Antocianinas superficiales (CAS).**

El contenido de antocianinas superficiales (CAS) del polvo secado por aspersión se midió con base en el método descrito en la literatura con ligeras modificaciones (Mahdavi et al., 2016). Se pesaron 0.1 g de la muestra y se mezclaron con 10 ml de etanol al 96%. Después de agitar durante 20 s en el Vortex Mixer XH-D y centrifugar en la Centrifuga (XC-2400) a 3,000 rpm durante 3 min, el sobrenadante se recogió y se filtró a través de un filtro de membrana con filtro de poro tamaño de 0,45 µm. El filtrado se recogió y se analizó para CAS usando un ensayo de antocianina monomérica total descrito por (Giusti, 2001).

#### **6.3.5 Eficiencia de encapsulación (%).**

La eficiencia de encapsulación, se determinó de acuerdo con (Fang & Bhandari, 2011), considerando el contenido de antocianinas totales (CAT) de las micropartículas después del secado, y el contenido de antocianinas superficiales (CAS).

$$Eficiencia\ de\ Encapsulación = \frac{(TAC - SAC) * 100}{TAC}$$

Donde:

TAC: Contenido de antocianinas totales  
(mg de cianidina-3-glucosido/g de materia seca)

SAC: Contenido de antocianinas superficiales  
(mg de cianidina-3-glucosido/g de materia seca)

### **6.3.6 Determinación de la capacidad antioxidantes.**

#### **6.3.6.1 Capacidad antioxidante mediante el método ABTS (ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico))**

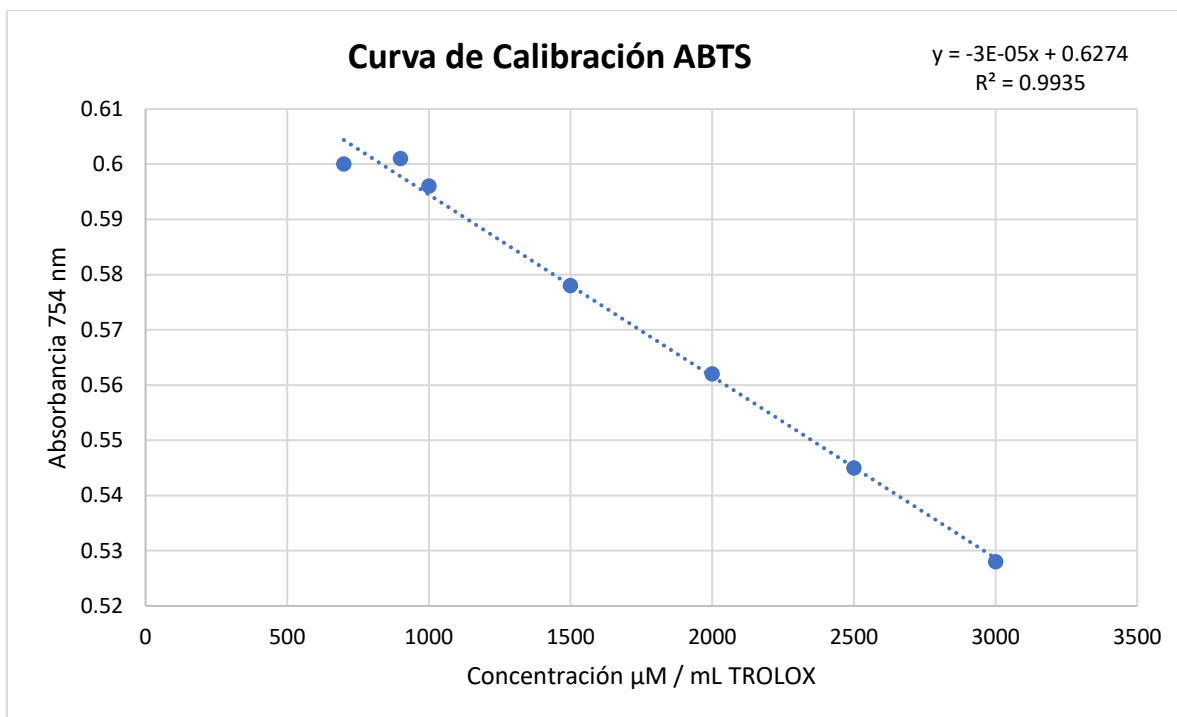
Esta técnica fue aplicada siguiendo la metodología (Farias Cervantes, Medrano Roldán, & Andrade González, 2015) ajustada para su aplicación.

Para crear la curva de calibración se utilizó como estándar TROLOX mezclando 3 mg / 15 mL de metanol al 80%, cubriendo el matraz de la luz, después se realizaron las correspondientes disoluciones para obtener concentraciones de 0, 500, 700, 900, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000  $\mu\text{M}$  de estándar Trolox.

De la misma manera se generó el radical ABTS mediante la mezcla de 6.6 mg de persulfato de potasio y 38.8 mg de ABTS en 10 ml de agua destilada, posteriormente se sometió a agitación y se dejó reposar durante 16 horas a temperatura ambiente en ausencia total de luz.

Se tomaron 150  $\mu\text{L}$  de la solución del radical y se diluyeron en 15 ml de etanol para obtener una absorbancia de  $0.7 \pm 0.02$  (Abs inicial) a 754 nm de absorbancia medida en un espectrómetro de luz ultravioleta-visible.

Continuando con la curva de calibración, se tomaron 100  $\mu\text{L}$  de cada una de las concentraciones, 0, 500, 700, 900, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000  $\mu\text{M}$  del estándar Trolox y se hicieron reaccionar con 2900  $\mu\text{L}$  del radical ABTS, para su posterior lectura a 754 nm de absorbancia medida en un espectrómetro de luz ultravioleta-visible (JENWAY, marca GENOVA.), ver figura 2.



**Figura 6:** Curva de absorbancia del ABTS•+ con diferentes concentraciones del estándar Trólox (Fuente propia).

Para la preparación y análisis de las muestras se realizó una maceración tomando 0.1 g de muestra agregándola a 10 mL de etanol al 80% (m/v) con un tiempo de reposo de 1 hora, continuando se filtró con papel filtro microporo y se procedió a su análisis donde, se tomaron 400  $\mu\text{L}$  y se hicieron reaccionar con 3600  $\mu\text{L}$  del radical ABTS, se agitaron con un Vortex y se dejaron reposar durante 7 min, para su posterior lectura a 754 nm de absorbancia (Abs final) medida en un espectrómetro de luz ultravioleta-visible Espectrofotómetro (Perkin-Elmer® Lambda XLS UV/Vis, USA).

Para obtener el valor de capacidad antioxidante primero se determinó el % de inhibición mediante la ecuación:

$$\% \text{ de Inhibición} = \frac{ABS_{blanco} - ABS_{muestra}}{ABS_{blanco}} \times 100$$

Donde:

$ABS_{inicial}$  = Absorbancia Inicial.

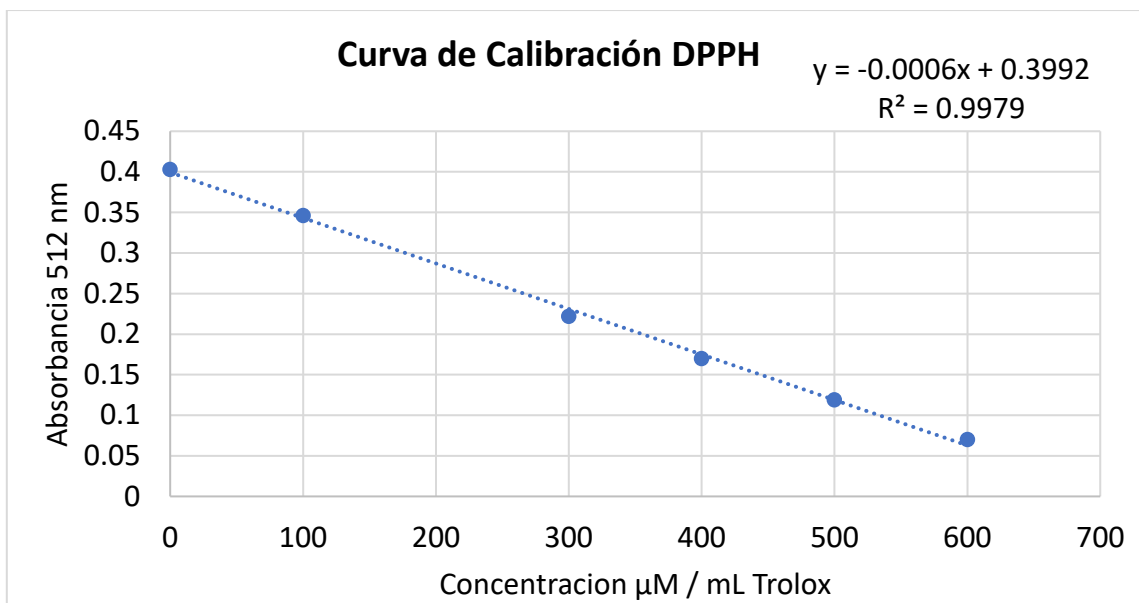
$ABS_{final}$  = Absorbancia Final.

El porcentaje de inhibición se sustituyó en la ecuación de la curva estándar del antioxidante de referencia Trolox. Los resultados se reportaron en mg Trolox / g.

### **6.3.6.2 Capacidad antioxidante mediante el método de DPPH (2,2-difenil-1- picril-hidrazilo)**

La determinación de la capacidad antioxidante de basó en la utilización de una solución estándar del radical libre 2,2-difenil-1- picril-hidrazilo o DPPH, esta técnica fue aplicada siguiendo la metodología de (Farias Cervantes, Medrano Roldán, & Andrade González, 2015) ajustada para su aplicación. Donde el interés por este radical se enfoca en su susceptibilidad ya que posee un electrón que se encuentra desapareado y que a su vez reacciona con el compuesto antioxidante (Re y col., 1999).

Inicialmente, se realizó una curva de calibración como estándar a concentración de 600, 500, 400, 300, 100, 0  $\mu$ M del estándar Trolox, la cual se muestra en la figura 3.



**Figura 7.** Curva de absorción del DPPH con diferentes concentraciones del estándar Trólox (Fuente propia).

Posteriormente, la medición de la actividad antioxidante partió de la preparación del radical DPPH (2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl). Se pesaron 3.9 mg del radical DPPH en un matraz aforado y se disolvieron con 100 mL de metanol al 80%, se cubrió el matraz de la exposición de la luz. Se tomaron 100  $\mu\text{L}$  de cada una de las concentraciones de TROLOX, para posteriormente reaccionar con 2900  $\mu\text{L}$  del radical DPPH manteniendo en reacción durante 30 minutos para su posterior lectura a una absorción de 517 nm en un espectrómetro de luz ultravioleta-visible (Perkin-Elmer® Lambda XLS UV/Vis, USA), empleando como blanco metanol al 80%, considerado como control negativo. Los resultados se expresan como  $\mu\text{M}$  de TROLOX.

Para el análisis de las muestras se utilizó una dilución 0.1:10 con agua destilada (p/v), de la cual se tomó 100  $\mu\text{L}$  de metanol al 80% haciendo reaccionar con 2900  $\mu\text{L}$  de reactivo DPPH a un tiempo de reacción de 30 minutos, para su posterior lectura a una absorción de 517 nm en un espectrómetro de luz ultravioleta-visible (Perkin-Elmer® Lambda XLS UV/Vis, USA), empleando como blanco metanol al 80%, considerado como control negativo. Para obtener el valor de capacidad antioxidante primero se determinó el % de inhibición mediante la ecuación:

$$\% \text{ de Inhibición} = \frac{ABS_{blanco} - ABS_{muestra}}{ABS_{blanco}} \times 100$$

Donde:

$ABS_{blanco}$  = Absorbancia de metanol 80%+ Reactivo DPPH.

$ABS_{Muestra}$  = Absorbancia muestra + Reactivo DPPH.

El porcentaje de inhibición se sustituyó en la ecuación de la curva estándar del antioxidante de referencia Trolox. Los resultados se reportaron en mg Trolox / g.

### **6.3.7 Identificación de antocianinas mediante cromatografía líquida de alta resolución.**

La identificación de antocianinas (cianidina 3-glucósido) en polvos de Roselle secados por aspersión se llevó a cabo utilizando el sistema Waters HPLC modelo 600 E (Waters Corporation, Taunton, MA). El sistema cromatográfico consta de una columna de acero inoxidable Wakosil C18RS de 150 × 4,6 mm (SGE, Ringwood, Australia) equipada con bomba (modelo 600). La temperatura de la columna fue de 30°C y el volumen de inyección fue de 20 ml. Se usó acetonitrilo: agua (65:35) como disolvente de la fase móvil. El caudal fue de 1,0 ml/min y la columna se controló mediante un detector de UV ajustado a una longitud de onda de 520 nm. Sus concentraciones relativas se determinaron a partir de las respectivas áreas de los picos de los cromatogramas, utilizando cianidina 3-glucósido (cloruro de kuromanina) como estándar.

### **6.3.7 Diseño experimental y análisis estadístico.**

Para el desarrollo experimental se estableció un diseño factorial 2<sup>3</sup> en el análisis de las muestras de secado por aspersión convencional, y un diseño factorial 2<sup>5</sup> en el análisis de las muestras del secado por aspersión asistido por electro sonicación. Todas las determinaciones se realizaron por triplicado y los resultados fueron sometidos a un análisis de varianza (ANOVA), con comparación de medias mediante la prueba de Tukey a un nivel de significancia del 95%, utilizando el software estadístico MINITAB.

## 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### 7.1 Contenido de humedad.

El contenido de humedad de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la (**Tabla 1**). Para los tratamientos evaluados (**T1C - T9C**) con el aspersor de nebulización, el contenido de humedad obtenido fue de entre 8.8143 y 9.3959 (g H<sub>2</sub>O/100 g materia seca), mientras que para los tratamientos evaluados (**T1 – T32**) mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación (**Tabla 1A**), los valores obtenidos estuvieron entre 8.7167 y 9.4166 (g H<sub>2</sub>O/100 g materia seca).

El contenido de humedad de los polvos obtenidos con el aspersor de nebulización, mostró un decremento al emplear la temperatura de entrada más alta (150 °C), el flujo de alimentación más bajo (4 %) y la presión del atomizador más alta (4 bar), mientras que el empleo de la temperatura de entrada más baja (120 °C), el flujo de alimentación más alto (6 %) y la presión del aspersor más baja (3 bar) provocaron un incremento en el contenido de humedad.

**Tabla 1.** Contenido de humedad de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Humedad (g H <sub>2</sub> O/100 g materia seca)
<b>T1C</b>	9.2863 ± 0.1211 <sup>ABC</sup>
<b>T2C</b>	9.3959 ± 0.0481 <sup>A</sup>
<b>T3C</b>	9.0441 ± 0.5825 <sup>ABCD</sup>
<b>T4C</b>	9.0962 ± 0.0757 <sup>ABCD</sup>
<b>T5C</b>	9.3253 ± 0.1838 <sup>ABC</sup>
<b>T6C</b>	9.1515 ± 0.2628 <sup>ABCD</sup>
<b>T7C</b>	8.8143 ± 0.3755 <sup>BCD</sup>
<b>T8C</b>	9.2515 ± 0.1285 <sup>ABCD</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

Respecto a los tratamientos evaluados mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación, el contenido de humedad disminuyó al emplear la temperatura de entrada más alta (150 °C), el flujo de alimentación más bajo (4 %), la presión del aspersor más alta (4 bar), el número de pulsos mayor (30 pulsos/minuto) y el mayor tiempo de sonicación (15 minutos). Por otro lado, la temperatura de entrada más baja (120 °C), el flujo de alimentación más alto (6 %), la presión del aspersor más baja (3 bar), el número de pulsos más bajo (20 pulsos/minuto) y el menor tiempo de sonicación (10 minutos) aumentaron el contenido de humedad de los polvos.

**Tabla 1A.** Contenido de humedad de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.

Tratamiento	Humedad (g H <sub>2</sub> O/100 g materia seca)	Tratamiento	Humedad (g H <sub>2</sub> O/100 g materia seca)
T1	9.2750 ± 0.2053 <sup>ABCD</sup>	T17	9.2711 ± 0.2016 <sup>ABCD</sup>
T2	9.4166 ± 0.1355 <sup>A</sup>	T18	9.4127 ± 0.1346 <sup>A</sup>
T3	9.0656 ± 0.1209 <sup>ABCD</sup>	T19	9.0619 ± 0.1159 <sup>ABCD</sup>
T4	8.8302 ± 0.1247 <sup>BCD</sup>	T20	8.8267 ± 0.1260 <sup>BCD</sup>
T5	9.3022 ± 0.0961 <sup>ABC</sup>	T21	9.2983 ± 0.0894 <sup>ABC</sup>
T6	9.2039 ± 0.1391 <sup>ABCD</sup>	T22	9.2001 ± 0.1412 <sup>ABCD</sup>
T7	8.9420 ± 0.0467 <sup>ABCD</sup>	T23	8.9382 ± 0.0504 <sup>ABCD</sup>
T8	8.7201 ± 0.0756 <sup>D</sup>	T24	8.7167 ± 0.0764 <sup>D</sup>
T9	9.2354 ± 0.2029 <sup>ABCD</sup>	T25	9.2315 ± 0.1995 <sup>ABCD</sup>
T10	9.3638 ± 0.1522 <sup>AB</sup>	T26	9.3600 ± 0.1577 <sup>AB</sup>
T11	8.8934 ± 0.0458 <sup>ABCD</sup>	T27	8.8895 ± 0.0390 <sup>ABCD</sup>
T12	8.9314 ± 0.1128 <sup>ABCD</sup>	T28	8.9277 ± 0.1169 <sup>ABCD</sup>
T13	9.2289 ± 0.0563 <sup>ABCD</sup>	T29	9.2251 ± 0.0627 <sup>ABCD</sup>
T14	9.2327 ± 0.1985 <sup>ABCD</sup>	T30	9.2289 ± 0.1997 <sup>ABCD</sup>
T15	8.7699 ± 0.0815 <sup>CD</sup>	T31	8.7660 ± 0.0871 <sup>CD</sup>
T16	8.8669 ± 0.0811 <sup>ABCD</sup>	T32	8.8632 ± 0.0874 <sup>ABCD</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .



Lo anterior puede ser explicado ya que el empleo de mayores temperaturas de entrada y salida del aire, generan un aumento en la tasa de transferencia de calor que conduce a una mayor tasa de eliminación de humedad, mientras que flujos de alimentación menores proporcionan una exposición de mayor tiempo de contacto entre la alimentación atomizada y el agente de secado y a su vez, la utilización de una mayor presión del aspersor, provoca que las gotas producidas sean de menor tamaño, generando así, una mayor superficie de contacto y mayor tasa de transferencia de calor y masa, evaporando una mayor cantidad de agua, obteniendo productos con bajo contenido de humedad según lo informado por Chegini & Ghobadian (2005); Tonon *et al.* (2008).

El contenido de humedad de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersión asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores más bajos de humedad fueron obtenidos con el secado por aspersión asistido por electro sonicación

Se puede inferir que lo anterior se debe a que la combinación de una carga electrostática y la aplicación de sonicación al líquido que se va a rociar causa una separación de los componentes en capas. Debido a que el agua y el agente encapsulante son más polares, y el principio activo es menos polar, ocurre una repulsión mutua entre ellos. Como resultado, el principio activo tiende a quedar en el centro de las gotas, mientras que los compuestos altamente polares se desplazan hacia la superficie exterior de las gotas mientras se secan. Esto facilita un proceso más eficiente de transferencia de calor y masa en comparación con los métodos convencionales. Esta explicación se basa en los hallazgos presentados en los estudios de Mutukuri *et al.* (2021) y Masum *et al.* (2022).

Los resultados del contenido de humedad de esta investigación son diferentes a los obtenidos en otros estudios sobre secado por aspersion de jamaica: Archaina *et al.* (2019) reportaron valores de humedad de entre 1.20 y 1.67 (g H<sub>2</sub>O/100 g de materia seca) empleando una temperatura de entrada del aire de 180 °C. Martins *et al.* (2020) reportaron bajos contenidos de humedad de entre 1.05 y 2.76 (g H<sub>2</sub>O/100 g de materia seca), empleando temperaturas de entrada del aire de 180 °C, y diferentes agentes encapsulantes. Por su parte Cassol & Zapata (2020) reportaron valores de humedad de entre 3.44 y 4.98 (g H<sub>2</sub>O/100 g de materia seca) usando temperaturas de entrada del aire 160 °C, y como agentes encapsulantes povidona y aislado de proteína de suero, solos y combinados en proporción de 10 % p/p.

## 7.2 Actividad de agua.

La actividad del agua de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la **(Tabla 2)**. Para los tratamientos evaluados **(T1C - T9C)** con el aspersor de nebulización, los valores de actividad de agua obtenidos fueron de entre 0.20 y 0.2490, mientras que para los tratamientos evaluados **(T1 – T32)** mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación **(Tabla 2A)**, los valores obtenidos estuvieron entre 0.1930 y 0.2857.

La actividad del agua de los polvos obtenidos con el aspersor de nebulización, mostró un decremento al emplear la temperatura de entrada más alta (150 °C), el flujo de alimentación más bajo (4 %) y la presión del atomizador más alta (4 bar), mientras que el empleo de la temperatura de entrada más baja (120 °C), el flujo de alimentación más alto (6 %) y la presión del aspersor más baja (3 bar) provocaron un incremento en el valor de actividad de agua.

**Tabla 2.** Actividad de agua de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Actividad de agua (Aw)
<b>T1C</b>	0.2087 ± 0.0035 <sup>JKLMN</sup>
<b>T2C</b>	0.2293 ± 0.0050 <sup>DEFGHI</sup>
<b>T3C</b>	0.2000 ± 0.0036 <sup>MN</sup>
<b>T4C</b>	0.2490 ± 0.0030 <sup>BCD</sup>
<b>T5C</b>	0.2043 ± 0.0031 <sup>LMN</sup>
<b>T6C</b>	0.202193 ± 0.0040 <sup>GHIJKLM</sup>
<b>T7C</b>	0.2223 ± 0.0040 <sup>FGHIJKL</sup>
<b>T8C</b>	0.2317 ± 0.0100 <sup>DEFGHI</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

Respecto a los tratamientos evaluados mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación, el valor de actividad de agua disminuyó al emplear la temperatura de entrada más alta (150 °C), el flujo de alimentación más bajo (4 %), la presión del aspersor más alta (4 bar), el número de pulsos mayor (30 pulsos/minuto) y el mayor tiempo de sonicación (15 minutos).

Por otro lado, la temperatura de entrada más baja (120 °C), el flujo de alimentación más alto (6 %), la presión del aspersor más baja (3 bar), el número de pulsos más bajo (20 pulsos/minuto) y el menor tiempo de sonicación (10 minutos) aumentaron el valor de actividad de agua de los polvos.

**Tabla 2A.** Actividad de agua de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.

Tratamiento	Actividad de agua (Aw)	Tratamiento	Actividad de agua (Aw)
T1	0.2250 ± 0.0056 EFGHIJKL	T17	0.2253 ± 0.0057 EFGHIJKL
T2	0.2360 ± 0.0030 CDEFGH	T18	0.2363 ± 0.0031 CDEFGH
T3	0.1930 ± 0.0060 <sup>N</sup>	T19	0.1933 ± 0.0055 <sup>N</sup>
T4	0.2287 ± 0.0060 DEFGHI	T20	0.2290 ± 0.0066 DEFGHI
T5	0.2123 ± 0.0031 IJKLMN	T21	0.2127 ± 0.0032 IJKLMN
T6	0.2457 ± 0.0100 CDE	T22	0.2460 ± 0.0100 CDE
T7	0.2167 ± 0.0078 HIJKLM	T23	0.2170 ± 0.0079 HIJKLM
T8	0.2380 ± 0.0040 CDEFGH	T24	0.2383 ± 0.0040 CDEFGH
T9	0.2213 ± 0.0105 FGHIJKLM	T25	0.2217 ± 0.0105 FGHIJKLM
T10	0.2700 ± 0.0082 <sup>AB</sup>	T26	0.2703 ± 0.0076 <sup>AB</sup>
T11	0.2133 ± 0.0081 IJKLMN	T27	0.2137 ± 0.0086 IJKLMN
T12	0.2067 ± 0.0060 LMN	T28	0.2070 ± 0.0056 KLMN
T13	0.2560 ± 0.0044 <sup>BC</sup>	T29	0.2563 ± 0.0038 <sup>BC</sup>
T14	0.2853 ± 0.0106 <sup>A</sup>	T30	0.2857 ± 0.0107 <sup>A</sup>
T15	0.2243 ± 0.0061 EFGHIJKL	T31	0.2247 ± 0.0067 EFGHIJKL
T16	0.2410 ± 0.0040 CDEFG	T32	0.2413 ± 0.0035 CDEF

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$

La actividad del agua de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersion asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores más bajos de actividad de agua fueron obtenidos con el secado por aspersion asistido por electro sonicación.

Se puede deducir que, al utilizar una temperatura de entrada del aire más alta, un flujo de alimentación menor, una presión de atomización mayor, así como la aplicación de pulsos con carga electrostática y un tiempo de sonicación más prolongado, se observó un impacto similar en la actividad del agua como se mencionó anteriormente con respecto al contenido de humedad. Esto se debe a que estas variables, en conjunto, agilizan y mejoran el proceso de transferencia de calor y masa en las gotas rociadas en la cámara de secado. Esto resulta en una evaporación más rápida del agua, ya que más energía térmica del aire de secado se destina al calor latente en lugar de al calor sensible. En consecuencia, los valores de actividad del agua disminuyen notablemente. Este patrón se asemeja a lo que reportaron Dantas et al. (2018), Mutukuri et al. (2021) y Masum et al. (2022) en sus respectivas investigaciones.

Los resultados obtenidos respecto a la actividad del agua de los polvos de jamaica, al situarse por debajo de 0.6, pueden considerarse indicativos de estabilidad microbiológica ante fenómenos como el pardeamiento enzimático, reacciones hidrolíticas y actividad enzimática, entre otros. Esto ofrece una ventaja significativa, ya que en estas condiciones se logra prácticamente inhibir el deterioro y el crecimiento microbiano, esto de acuerdo con lo informado por Quek et al. (2007), Marques et al. (2007), Franco & Landgraf (2008) y Archaina et al. (2019).

Los resultados del contenido de humedad de esta investigación son similares a los obtenidos en otros estudios sobre secado por aspersion de jamaica: Archaina *et al.* (2019) reportaron valores entre 0.2253 y 0.2605, Martins *et al.* (2020) valores de entre 0.201 y 0.271. Cassol & Zapata (2020) valores de entre 0.14 y 0.17.

### 7.3 Contenido de antocianinas totales.

El contenido de antocianinas totales de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la **(Tabla 3)**. Para los tratamientos evaluados **(T1C - T9C)** con el aspersor de nebulización, el contenido de antocianinas totales obtenido fue de entre 9.6405 y 10.6595 (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca), mientras que para los tratamientos evaluados **(T1 – T32)** mediante secado por aspersion asistido por electro sonicación **(Tabla 3A)**, los valores obtenidos estuvieron entre 8.3383 y 10.7680 (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca).

El contenido de antocianinas totales de los polvos obtenidos con el aspersor de nebulización, mostró un decremento al emplear la temperatura de entrada más alta (150 °C), el flujo de alimentación más bajo (4 %) y la presión del atomizador más baja (3 bar), mientras que el empleo de la temperatura de entrada más baja (120 °C), el flujo de alimentación más alto (6 %) y la presión del aspersor más alta (4 bar) permitieron un incremento en el contenido de antocianinas totales.

**Tabla 3.** Contenido de antocianinas totales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersion empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Antocianinas totales (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca)
<b>T1C</b>	9.8412 ± 0.0255 <sup>I</sup>
<b>T2C</b>	10.4090 ± 0.0174 <sup>D</sup>
<b>T3C</b>	9.8412 ± 0.0048 <sup>I</sup>
<b>T4C</b>	10.4257 ± 0.0174 <sup>D</sup>
<b>T5C</b>	9.9915 ± 0.0128 <sup>G</sup>
<b>T6C</b>	10.6595 ± 0.0128 <sup>B</sup>
<b>T7C</b>	9.6405 ± 0.0267 <sup>JK</sup>
<b>T8C</b>	10.5286 ± 0.0301 <sup>C</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

Respecto a los tratamientos evaluados con el secado por aspersión asistido por electrosonicación, el contenido de antocianinas totales disminuyó al emplear la temperatura de entrada más alta (150 °C), el flujo de alimentación más bajo (4 %), la presión del aspersor más baja (3 bar) y con el número de pulsos menor (20 pulsos/minuto). Por otro lado, la temperatura de entrada más baja (120 °C), el flujo de alimentación más alto (6 %), la presión del aspersor más alta (4 bar) y el número de pulsos mayor (30 pulsos/minuto) aumentaron el contenido de antocianinas totales, respecto a la aplicación de los distintos tiempos de sonicación no hubo diferencias.

**Tabla 3A.** Contenido de antocianinas totales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electrosonicación.

Tratamiento	Antocianinas totales (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca)	Tratamiento	Antocianinas totales (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca)
T1	9.5406 ± 0.0096 <sup>LM</sup>	T17	9.5407 ± 0.0095 <sup>LM</sup>
T2	9.9219 ± 0.0193 <sup>H</sup>	T18	9.9219 ± 0.0193 <sup>H</sup>
T3	9.3820 ± 0.0096 <sup>N</sup>	T19	9.3820 ± 0.0097 <sup>N</sup>
T4	9.6770 ± 0.0289 <sup>J</sup>	T20	9.6770 ± 0.0290 <sup>J</sup>
T5	9.4933 ± 0.0221 <sup>M</sup>	T21	9.4933 ± 0.0222 <sup>M</sup>
T6	10.2309 ± 0.0268 <sup>E</sup>	T22	10.2309 ± 0.0269 <sup>E</sup>
T7	9.5295 ± 0.0255 <sup>LM</sup>	T23	9.5295 ± 0.0256 <sup>LM</sup>
T8	9.5935 ± 0.0301 <sup>KL</sup>	T24	9.5935 ± 0.0301 <sup>KL</sup>
T9	10.3672 ± 0.0395 <sup>D</sup>	T25	10.3672 ± 0.0396 <sup>D</sup>
T10	10.5092 ± 0.0128 <sup>C</sup>	T26	10.5091 ± 0.0129 <sup>C</sup>
T11	8.3383 ± 0.0128 <sup>O</sup>	T27	8.3383 ± 0.0128 <sup>O</sup>
T12	9.3430 ± 0.0083 <sup>N</sup>	T28	9.3430 ± 0.0083 <sup>N</sup>
T13	10.0945 ± 0.0145 <sup>F</sup>	T29	10.0945 ± 0.0144 <sup>F</sup>
T14	10.2281 ± 0.0221 <sup>E</sup>	T30	10.2281 ± 0.0222 <sup>E</sup>
T15	10.2142 ± 0.0128 <sup>E</sup>	T31	10.2141 ± 0.0128 <sup>E</sup>
T16	10.7680 ± 0.0128 <sup>A</sup>	T32	10.7680 ± 0.0127 <sup>A</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

El contenido de antocianinas totales de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersión asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores mayores del contenido de antocianinas totales fueron obtenidos con el secado por aspersión asistido por electro sonicación.

De lo anterior se puede deducir que durante el empleo de bajas temperaturas de entrada durante el secado por aspersión y la aplicación de la carga electrostática combinada con la sonicación permiten reducir los efectos negativos de la formación excesiva de burbujas que se da cuando las temperaturas del aire de entrada son superiores a 180 °C lo que se asocia con estructuras superficiales imperfectas en los polvos obtenidos, aumentando las pérdidas de antocianinas durante el secado por aspersión debido a la descomposición y formación de compuestos marrones o incoloros indeseables tal como lo indica Mohammed et al. (2017); Do & Nguyen, (2018).

Por su parte otros autores como Quek et al., (2007); Tonon et al. (2008) explican que el empleo de bajas temperaturas de entrada del aire conduce a una tendencia en la aglomeración de las partículas obtenidas del secado por aspersión debido a su alto contenido de humedad, lo que puede contribuir a reducir la exposición de los polvos al oxígeno protegiendo de esta manera a las antocianinas de su degradación.

Los valores del contenido de antocianinas totales obtenidos en esta investigación son diferentes a los reportados por otros estudios de secado por aspersión en jamaica: Archaina et al. (2019) reportaron contenidos de antocianinas totales de entre 130.59 y 171.21 mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca. Cid Ortega & Guerrero-Beltrán (2020) valores de entre 330.35 y 665.39 mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca. Martins et al. (2020) reportaron valores de entre 310.96 y 846.04 mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca.



#### 7.4 Antocianinas Superficiales

El contenido de antocianinas superficiales de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la (Tabla 4). Para los tratamientos evaluados (T1C - T9C) con el aspersor de nebulización, el contenido de antocianinas superficiales obtenido fue de entre 5.6442 y 7.6147 (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca), mientras que para los tratamientos evaluados (T1 – T32) mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación (Tabla 4A), los valores obtenidos estuvieron entre 5.5719 y 6.9133 (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca).

**Tabla 4.** Contenido de antocianinas superficiales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Antocianinas superficiales (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca)
T1C	7.2807 ± 0.0167 <sup>B</sup>
T2C	5.6442 ± 0.0334 <sup>I</sup>
T3C	7.3252 ± 0.0386 <sup>B</sup>
T4C	5.6776 ± 0.0728 <sup>I</sup>
T5C	7.4644 ± 0.0167 <sup>AB</sup>
T6C	5.6554 ± 0.0537 <sup>I</sup>
T7C	7.6147 ± 0.0442 <sup>A</sup>
T8C	6.0784 ± 0.0964 <sup>FGH</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

Los tratamientos evaluados con el secado por aspersión asistido por electro sonicación, mostraron una disminución en el contenido de antocianinas superficiales al emplear el mayor número de pulsos (30 pulsos/minuto) y tiempo de sonicación (15 minutos).

**Tabla 4A.** Contenido de antocianinas superficiales de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.

Tratamiento	Antocianinas superficiales (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca)	Tratamiento	Antocianinas superficiales (mg cianidina-3-glucósido/100 g materia seca)
T1	6.4402 ± 0.0857 <sup>E</sup>	T17	6.4402 ± 0.0857 <sup>E</sup>
T2	6.2064 ± 0.0255 <sup>F</sup>	T18	6.2064 ± 0.0255 <sup>F</sup>
T3	6.1508 ± 0.0857 <sup>FG</sup>	T19	6.1508 ± 0.0857 <sup>FG</sup>
T4	6.2064 ± 0.0586 <sup>F</sup>	T20	6.2064 ± 0.0586 <sup>F</sup>
T5	6.7463 ± 0.0442 <sup>CD</sup>	T21	6.7463 ± 0.0442 <sup>CD</sup>
T6	6.8243 ± 0.0824 <sup>CD</sup>	T22	6.8243 ± 0.0824 <sup>CD</sup>
T7	6.9133 ± 0.0289 <sup>C</sup>	T23	6.9133 ± 0.0289 <sup>C</sup>
T8	6.7018 ± 0.0632 <sup>D</sup>	T24	6.7018 ± 0.0632 <sup>D</sup>
T9	5.5719 ± 0.0510 <sup>I</sup>	T25	5.5719 ± 0.0510 <sup>I</sup>
T10	6.0840 ± 0.0586 <sup>FGH</sup>	T26	6.0840 ± 0.0586 <sup>FGH</sup>
T11	5.6832 ± 0.0675 <sup>I</sup>	T27	5.6832 ± 0.0675 <sup>I</sup>
T12	6.0116 ± 0.0167 <sup>GH</sup>	T28	6.0116 ± 0.0167 <sup>GH</sup>
T13	6.0394 ± 0.0386 <sup>FGH</sup>	T29	6.0394 ± 0.0386 <sup>FGH</sup>
T14	6.7575 ± 0.0420 <sup>CD</sup>	T30	6.7575 ± 0.0420 <sup>CD</sup>
T15	5.9114 ± 0.0442 <sup>H</sup>	T31	5.9114 ± 0.0442 <sup>H</sup>
T16	6.4346 ± 0.0964 <sup>E</sup>	T32	6.4346 ± 0.0964 <sup>E</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

El contenido de antocianinas superficiales de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersión asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores más altos del contenido de antocianinas superficiales fueron obtenidos con el aspersor de nebulización. Estos valores fueron necesarios de calcular para poder obtener la eficiencia de encapsulación, donde un menor contenido de antocianinas superficiales significa que se proporcionó un proceso de encapsulación más efectivo.

## 7.5 Eficiencia de encapsulación

La eficiencia de encapsulación de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la **(Tabla 5)**. Para los tratamientos evaluados **(T1C - T9C)** con el aspersor de nebulización, la eficiencia de encapsulación obtenida fue de entre 21.0143 y 46.9449 %, mientras que para los tratamientos evaluados **(T1 – T32)** mediante secado por aspersion asistido por electro sonicación **(Tabla 5A)**, los valores obtenidos estuvieron entre 27.4525 y 46.2558 %

**Tabla 5.** Eficiencia de encapsulación de antocianinas de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersion empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Eficiencia de encapsulación de antocianinas (%)
<b>T1C</b>	26.0176 ± 0.3284 <sup>MN</sup>
<b>T2C</b>	45.7750 ± 0.3908 <sup>A</sup>
<b>T3C</b>	25.5655 ± 0.4113 <sup>N</sup>
<b>T4C</b>	45.5415 ± 0.7378 <sup>A</sup>
<b>T5C</b>	22.2925 ± 0.1271 <sup>N</sup>
<b>T6C</b>	46.9449 ± 0.5464 <sup>A</sup>
<b>T7C</b>	21.0143 ± 0.2402 <sup>O</sup>
<b>T8C</b>	42.2676 ± 0.2589 <sup>B</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

La eficiencia de encapsulación de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersion asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores más bajos de eficiencia de encapsulación fueron obtenidos con el secado por aspersion empleando un aspersor de nebulización.

**Tabla 5A.** Eficiencia de encapsulación de antocianinas de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersión asistido por electro sonicación.

Tratamiento	Eficiencia de encapsulación de antocianinas (%)	Tratamiento	Eficiencia de encapsulación de antocianinas (%)
T1	32.4972 ± 0.8858 <sup>HI</sup>	T17	32.4976 ± 0.8851 <sup>HI</sup>
T2	37.4473 ± 0.2630 <sup>D</sup>	T18	37.4474 ± 0.2636 <sup>D</sup>
T3	34.4414 ± 0.8488 <sup>EFG</sup>	T19	34.4413 ± 0.8481 <sup>EFG</sup>
T4	35.8650 ± 0.4406 <sup>DE</sup>	T20	35.8649 ± 0.4403 <sup>DE</sup>
T5	28.9356 ± 0.4717 <sup>KL</sup>	T21	28.9358 ± 0.4715 <sup>KL</sup>
T6	33.2974 ± 0.7433 <sup>GHI</sup>	T22	33.2975 ± 0.7432 <sup>GHI</sup>
T7	27.4525 ± 0.4677 <sup>LM</sup>	T23	27.4527 ± 0.4683 <sup>LM</sup>
T8	30.1428 ± 0.5003 <sup>JK</sup>	T24	30.1430 ± 0.5010 <sup>JK</sup>
T9	46.2558 ± 0.2897 <sup>A</sup>	T25	46.2558 ± 0.2893 <sup>A</sup>
T10	42.1079 ± 0.5791 <sup>B</sup>	T26	42.1078 ± 0.5794 <sup>B</sup>
T11	31.8419 ± 0.8706 <sup>IJ</sup>	T27	31.8418 ± 0.8702 <sup>IJ</sup>
T12	35.6569 ± 0.1581 <sup>DEF</sup>	T28	35.6569 ± 0.1577 <sup>DEF</sup>
T13	40.1707 ± 0.4313 <sup>C</sup>	T29	40.1706 ± 0.4308 <sup>C</sup>
T14	33.9319 ± 0.3928 <sup>FGH</sup>	T30	33.9320 ± 0.3927 <sup>FGH</sup>
T15	42.1255 ± 0.3923 <sup>B</sup>	T31	42.1254 ± 0.3924 <sup>B</sup>
T16	40.2434 ± 0.8426 <sup>C</sup>	T32	40.2432 ± 0.8431 <sup>C</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

Se puede deducir que el fenómeno descrito anteriormente es el resultado directo de la aplicación intermitente de carga electrostática en la suspensión de alimentación en la entrada de la boquilla de aspersión. Esta acción conlleva a una segregación ordenada de los componentes que componen la suspensión, basada en sus diferentes niveles de polaridad. Entre estos componentes, el solvente (agua) y el agente encapsulante, que poseen alta polaridad, exhibirán el dipolo eléctrico más pronunciado, lo que resultará en su mutua repulsión y migración hacia la superficie externa de las gotas en proceso de secado. Mientras tanto, el ingrediente activo, debido a su naturaleza menos polar, mantendrá un dipolo eléctrico más modesto y, por lo tanto, se mantendrá en el núcleo de las gotas en secado.

Este proceso permite la ejecución más eficiente y veloz de la transferencia de calor y masa sin requerir un aumento en la temperatura del producto. Consecuentemente, se forman partículas de menor tamaño y uniformidad, lo cual a su vez permite un uso más efectivo de la energía térmica en el aire de secado: la mayor parte se emplea para el calor latente en lugar de para el calor sensible. Este enfoque conduce a una mayor salvaguardia de los compuestos bioactivos y a una encapsulación casi impecable. Estas observaciones se respaldan en las investigaciones de Mutukuri et al. (2021) y Masum et al. (2022).

Los valores de eficiencia de encapsulación de antocianinas obtenidos en esta investigación son diferentes a los reportados en otros trabajos de secado por aspersion de jamaica: Idaham *et al.* (2012) reportaron eficiencias de encapsulación de 96.7 a 99.69 % empleando una mezcla de maltodextrina y goma arábica; Navidad *et al.* 2020 reportaron eficiencias de 80.95 a 87.93 % utilizando diferentes mezclas de maltodextrina y goma arábica. Cassol & Zapata (2020) reportaron eficiencias de encapsulación de 38 a 77 % empleando como agentes encapsulantes povidona y aislado de proteína de suero; Nguyen *et al.* (2021) obtuvieron valores de eficiencia de encapsulación de 69.95 a 90.27 % empleando maltodextrina como agente encapsulante en diferentes proporciones.

## 7.6 Capacidad Antioxidante.

### 7.6.1 Capacidad antioxidante por el método DPPH.

La capacidad antioxidante por el método DPPH de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la **(Tabla 6)**. Para los tratamientos evaluados **(T1C - T9C)** con el aspersor de nebulización, el porcentaje de inhibición obtenido fue de entre 46.9895 y 67.4084 %, mientras que para los tratamientos evaluados **(T1 – T32)** mediante secado por aspersion asistido por electro sonicación **(Tabla 6A)**, los valores obtenidos estuvieron entre 52.4869 y 67.9319 %

**Tabla 6.** Capacidad antioxidante por el método DPPH de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersion empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Efecto antirradical (%)
<b>T1C</b>	67.4084 ± 0.0007 <sup>A</sup>
<b>T2C</b>	62.5654 ± 0.0042 <sup>A</sup>
<b>T3C</b>	51.8325 ± 0.0651 <sup>A</sup>
<b>T4C</b>	54.7120 ± 0.0212 <sup>A</sup>
<b>T5C</b>	46.9895 ± 0.1181 <sup>A</sup>
<b>T6C</b>	65.5759 ± 0.0007 <sup>A</sup>
<b>T7C</b>	63.8743 ± 0.0071 <sup>A</sup>
<b>T8C</b>	62.6963 ± 0.0134 <sup>A</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

El porcentaje de inhibición mediante el método de DPPH de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersion asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico no fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores más bajos fueron obtenidos con el secado por aspersion empleando un aspersor de nebulización.

**Tabla 6A.** Capacidad antioxidante por el método DPPH de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersion asistido por electro sonicación.

Tratamiento	Efecto antirradical (%)	Tratamiento	Efecto antirradical (%)
T1	66.6230 ± 0.0120 <sup>A</sup>	T17	66.4921 ± 0.0127 <sup>A</sup>
T2	54.9738 ± 0.0594 <sup>A</sup>	T18	54.8429 ± 0.0587 <sup>A</sup>
T3	64.1361 ± 0.0099 <sup>A</sup>	T19	64.0052 ± 0.0092 <sup>A</sup>
T4	52.6178 ± 0.0523 <sup>A</sup>	T20	52.4869 ± 0.0516 <sup>A</sup>
T5	66.0995 ± 0.0007 <sup>A</sup>	T21	65.8377 ± 0.0007 <sup>A</sup>
T6	62.6963 ± 0.0078 <sup>A</sup>	T22	62.5654 ± 0.0071 <sup>A</sup>
T7	56.9372 ± 0.0417 <sup>A</sup>	T23	56.8063 ± 0.0410 <sup>A</sup>
T8	67.9319 ± 0.0007 <sup>A</sup>	T24	67.9319 ± 0.0007 <sup>A</sup>
T9	64.2670 ± 0.0035 <sup>A</sup>	T25	64.1361 ± 0.0042 <sup>A</sup>
T10	64.2670 ± 0.0064 <sup>A</sup>	T26	64.1361 ± 0.0057 <sup>A</sup>
T11	67.9319 ± 0.0035 <sup>A</sup>	T27	67.8010 ± 0.0028 <sup>A</sup>
T12	67.1466 ± 0.0007 <sup>A</sup>	T28	67.1466 ± 0.0007 <sup>A</sup>
T13	67.1466 ± 0.0092 <sup>A</sup>	T29	67.0157 ± 0.0085 <sup>A</sup>
T14	66.2304 ± 0.0198 <sup>A</sup>	T30	66.0995 ± 0.0191 <sup>A</sup>
T15	54.5812 ± 0.0276 <sup>A</sup>	T31	54.4503 ± 0.0269 <sup>A</sup>
T16	62.1728 ± 0.0007 <sup>A</sup>	T32	61.9110 ± 0.0007 <sup>A</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

### 7.6.2 Capacidad antioxidante por el método ABTS.

La capacidad antioxidante por el método ABTS de los polvos de jamaica utilizando un aspersor de nebulización se muestran en la **(Tabla 7)**. Para los tratamientos evaluados **(T1C - T9C)** con el aspersor de nebulización, el porcentaje de inhibición obtenido fue de entre 25.0000 y 56.9522 %, mientras que para los tratamientos evaluados **(T1 - T32)** mediante secado por aspersion asistido por electro sonicación **(Tabla 7A)**, los valores obtenidos estuvieron entre 39.6067 y 62.1489 %

**Tabla 7.** Capacidad antioxidante por el método ABTS de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersion empleando un aspersor de nebulización.

Tratamiento	Efecto antirradical (%)
<b>T1C</b>	50.4213 ± 0.0354 <sup>BCDE</sup>
<b>T2C</b>	29.7753 ± 0.0099 <sup>GH</sup>
<b>T3C</b>	38.3427 ± 0.0141 <sup>FG</sup>
<b>T4C</b>	25.5618 ± 0.0085 <sup>H</sup>
<b>T5C</b>	39.6770 ± 0.0049 <sup>EFG</sup>
<b>T6C</b>	25.0000 ± 0.0184 <sup>H</sup>
<b>T7C</b>	56.9522 ± 0.0417 <sup>AB</sup>
<b>T8C</b>	25.7022 ± 0.0057 <sup>H</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .

**Tabla 7A.** Capacidad antioxidante por el método ABTS de los polvos de jamaica obtenidos mediante secado por aspersion asistido por electro sonicación.

Tratamiento	Efecto antirradical (%)	Tratamiento	Efecto antirradical (%)
<b>T1</b>	52.1067 ± 0.0028 <sup>ABCD</sup>	<b>T17</b>	52.1067 ± 0.0057 <sup>ABCD</sup>
<b>T2</b>	45.8567 ± 0.0021 <sup>BCDEF</sup>	<b>T18</b>	45.8567 ± 0.0007 <sup>BCDEF</sup>
<b>T3</b>	42.9775 ± 0.0226 <sup>DEF</sup>	<b>T19</b>	42.9775 ± 0.0198 <sup>DEF</sup>
<b>T4</b>	62.1489 ± 0.0078 <sup>A</sup>	<b>T20</b>	62.1489 ± 0.0106 <sup>A</sup>
<b>T5</b>	42.1348 ± 0.0057 <sup>DEF</sup>	<b>T21</b>	42.1348 ± 0.0085 <sup>DEF</sup>
<b>T6</b>	54.8455 ± 0.0064 <sup>ABCD</sup>	<b>T22</b>	54.8455 ± 0.0035 <sup>ABCD</sup>
<b>T7</b>	39.6067 ± 0.0085 <sup>EFG</sup>	<b>T23</b>	39.6067 ± 0.0113 <sup>EFG</sup>
<b>T8</b>	47.2612 ± 0.0148 <sup>BCDEF</sup>	<b>T24</b>	47.2612 ± 0.0120 <sup>BCDEF</sup>
<b>T9</b>	40.9410 ± 0.0163 <sup>DEFG</sup>	<b>T25</b>	40.9410 ± 0.0134 <sup>DEFG</sup>
<b>T10</b>	43.8202 ± 0.0396 <sup>CDEF</sup>	<b>T26</b>	43.8202 ± 0.0424 <sup>CDEF</sup>
<b>T11</b>	47.6124 ± 0.0212 <sup>BCDEF</sup>	<b>T27</b>	47.6124 ± 0.0184 <sup>BCDEF</sup>
<b>T12</b>	47.1208 ± 0.0262 <sup>BCDEF</sup>	<b>T28</b>	47.1208 ± 0.0290 <sup>BCDEF</sup>
<b>T13</b>	40.0983 ± 0.0191 <sup>EFG</sup>	<b>T29</b>	40.0983 ± 0.0219 <sup>EFG</sup>
<b>T14</b>	47.9635 ± 0.0049 <sup>BCDEF</sup>	<b>T30</b>	47.9635 ± 0.0078 <sup>BCDEF</sup>
<b>T15</b>	47.1208 ± 0.0290 <sup>BCDEF</sup>	<b>T31</b>	47.1208 ± 0.0262 <sup>BCDEF</sup>
<b>T16</b>	44.8736 ± 0.0120 <sup>CDEF</sup>	<b>T32</b>	44.8736 ± 0.0148 <sup>CDEF</sup>

Diferentes superíndices significan que los valores medios son significativamente diferentes a  $p < 0.05$ .





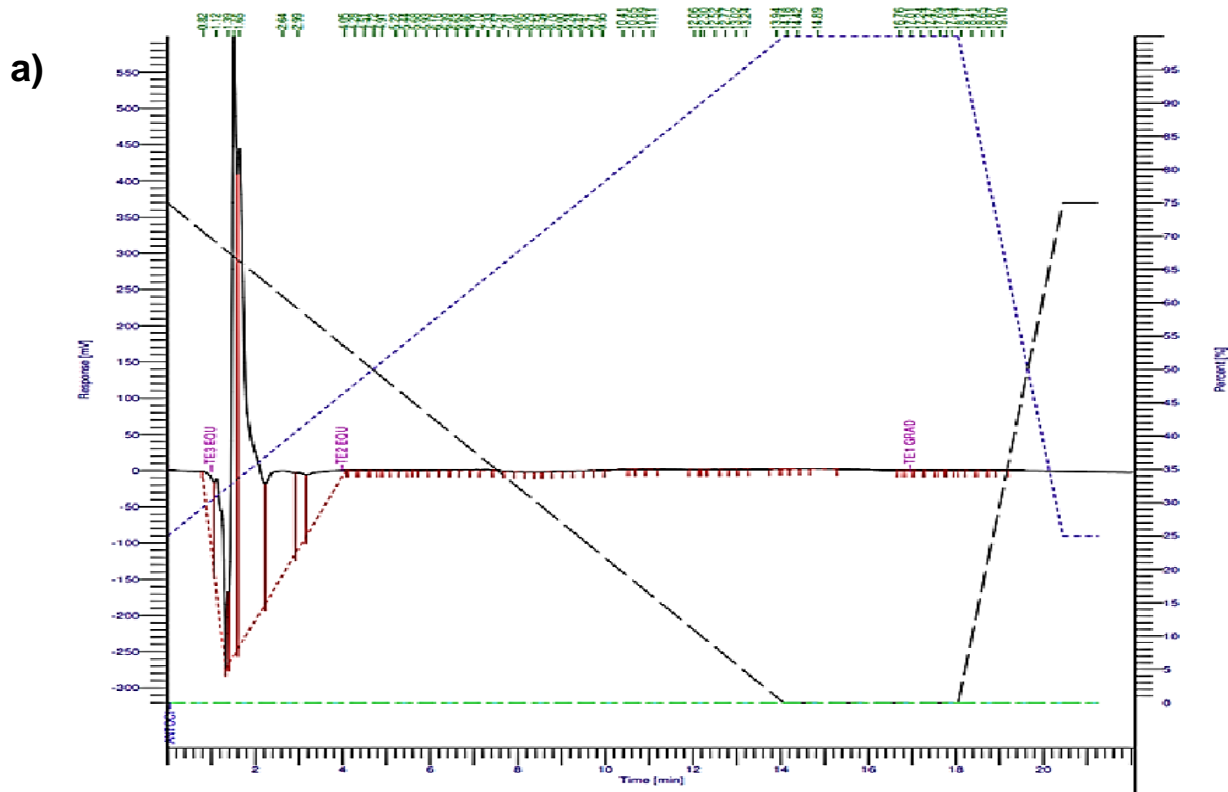
El porcentaje de inhibición mediante el método de ABTS de los polvos de jamaica obtenidos con el aspersor de nebulización y el secado por aspersion asistido por electro sonicación de acuerdo con el análisis estadístico fueron significativamente diferentes entre los tratamientos ( $p < 0.05$ ). Los valores de capacidad antioxidante más altos fueron obtenidos con el secado por aspersion asistido por electro sonicación.

El porcentaje de inhibición de la capacidad antioxidante de los polvos de jamaica utilizando tanto el método de DPPH como de ABTS mostró el mismo comportamiento que el contenido de antocianinas totales, presentando los valores mayores en las pruebas con radicales ABTS<sup>+</sup> y DPPH<sup>•</sup> con el empleo del secado por aspersion asistido por electro sonicación. Lo anterior demuestra que parte de la capacidad antioxidante se puede atribuir a las antocianinas, además del empleo de bajas temperaturas, ya que es importante resaltar que emplear altas temperaturas pueden afectar negativamente la estructura de los compuestos fenólicos, provocando la alteración de la estructura, lo que lleva a la formación de varios compuestos, lo que reduce la actividad antioxidante tal y como lo describen diversos autores. En otros estudios autores como Bernstein & Noreña (2015) reportaron resultados entre 14.01 y 34.60 % empleando el método DPPH para determinar la capacidad antioxidante de polvos de col morada. En trabajos donde se evaluaron temperaturas de entrada del aire de secado mayores a las utilizadas en esta investigación sobre secado por aspersion de jamaica autores como Piovesana & Zapata (2018) reportaron valores de capacidad antioxidante de 5.15 – 7.74  $\mu\text{M}$  Trolox/ g materia seca; Ochoa Velasco *et al.* (2018) reportaron valores de 8.08 – 10.92 g Trolox/ 100 g muestra y Martins *et al.* (2020) reportaron valores de capacidad antioxidante de 18.7 – 87.9  $\mu\text{M}$  Trolox/ g muestra.

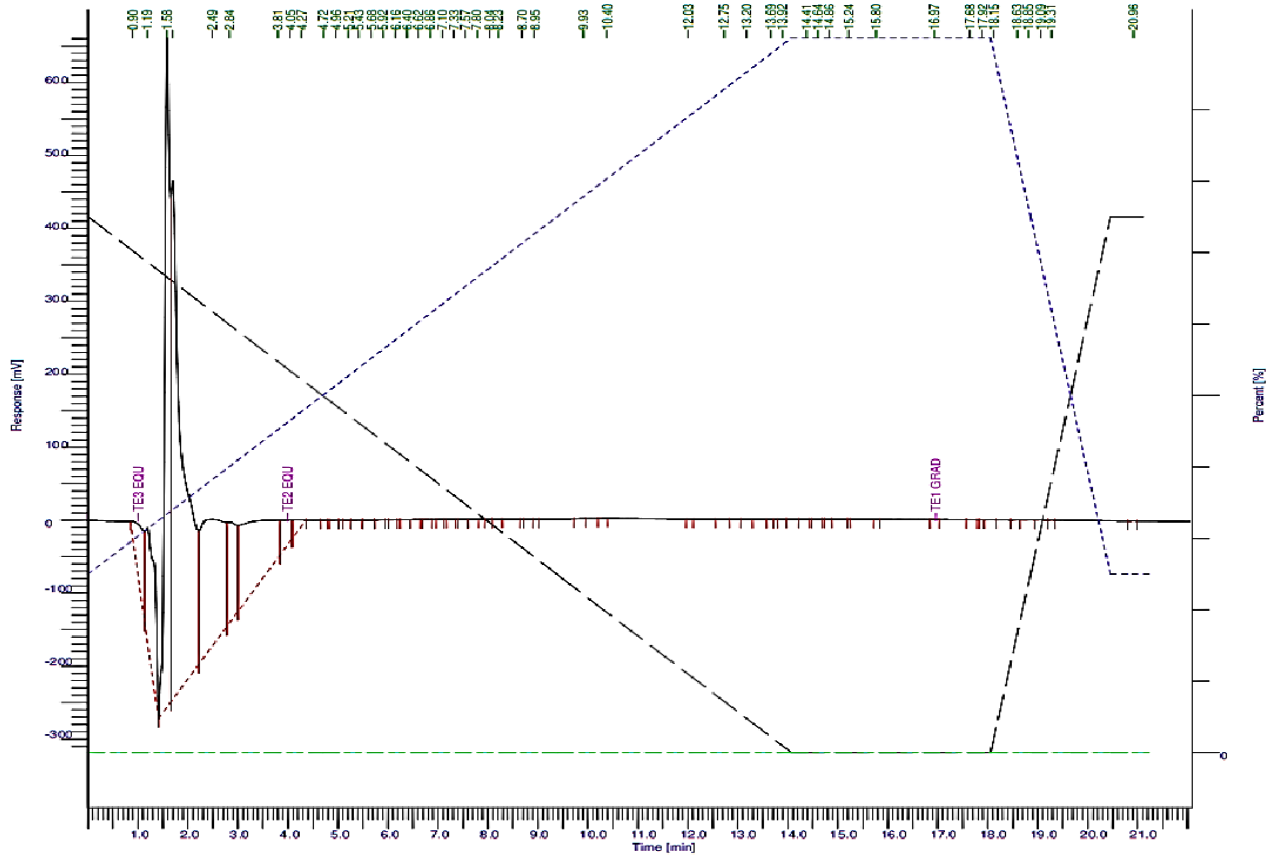
## 7.7 Perfil cromatográfico.

Las Figuras 8 y 9 muestran el perfil cromatográfico con la identificación de las principales antocianinas presentes en los polvos de jamaica obtenidos del secado por aspersión, tanto para los polvos obtenidos con el aspersor de nebulización, así como para los polvos del secado por aspersión asistido por electro sonicación respectivamente. Se observó que se encuentran presentes las dos antocianinas principales, delfinidina-3-sambubiosido y la cianidina-3-sambubiosido.

De acuerdo con Martins *et al.* (2019), estas dos principales antocianinas se encuentran en los polvos secados por aspersión en concentraciones de  $32.17 \pm 0.09$  y  $29.98 \pm 0.11$  mg/100 g de extracto en polvo, respectivamente. Por su parte Du & Francis (1973) analizaron flores frescas de *Hibiscus sabdariffa* e identificaron los mismos componentes mayoritarios. Estas principales antocianinas de acuerdo a lo reportado por Xu, Hu, Bao, Xie y Chen (2017), son las responsables de brindar una potente capacidad antioxidante y efecto hipoglucemiante, debido a la presencia de antocianinas, principalmente delfinidina-3-sambubiosido.

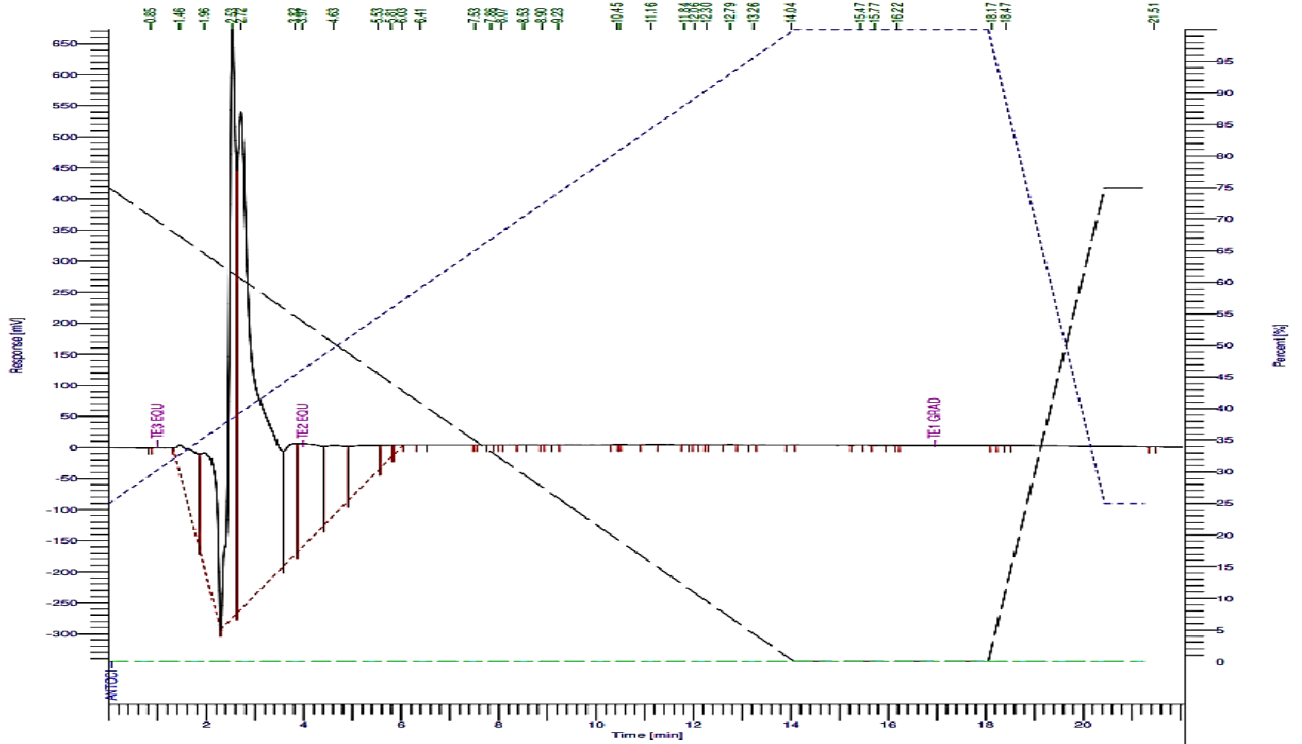


b)

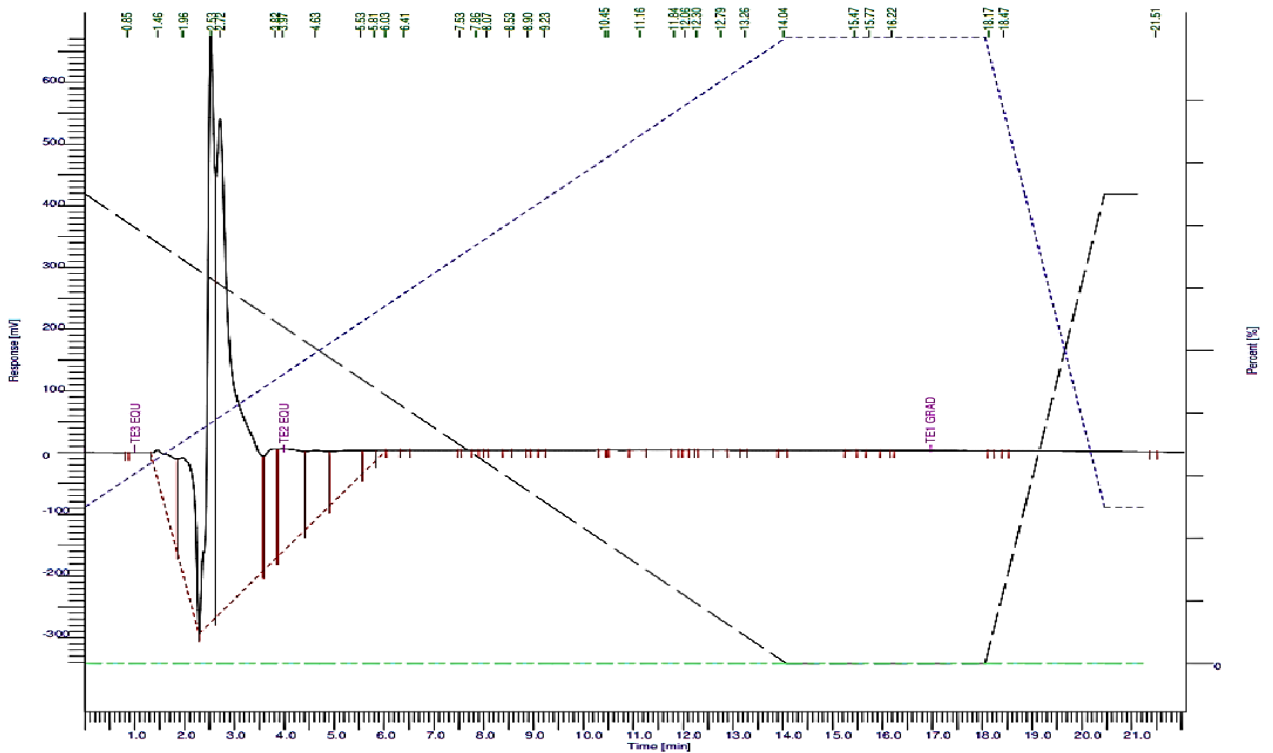


**Figura 8.** Perfil cromatográfico de las antocianinas mayoritarias presentes en los polvos de jamaica obtenidos por un aspersor de nebulización: Pico 1 (delfinidina-3-sambubiosido) y pico 2 (cianidina-3-sambubiosido).

a)



b)



**Figura 9.** Perfil cromatográfico de las antocianinas mayoritarias presentes en los polvos de jamaica obtenidos por secado por aspersión asistido por electro sonicación.: Pico 1 (delfinidina-3-sambubiosido) y pico 2 (cianidina-3-sambubiosido)



## 7. CONCLUSIONES.

- Los valores del contenido de humedad obtenidos empleando el secado por aspersión asistido por electro sonicación fueron menores al utilizar la mayor cantidad de pulsos (30 pulsos/minuto) y el mayor tiempo de sonicación (15 pulsos/minuto) lo cual permitió obtener polvos de jamaica con características aceptables y mejores que los obtenidos con el secado por aspersión utilizando un aspersor de nebulización.
- Los valores de actividad de agua más bajos fueron obtenidos con el secado por aspersión asistido por electro sonicación empleando el secado por aspersión asistido por electro sonicación aplicando (30 pulsos/minuto) y el mayor tiempo de sonicación (15 pulsos/minuto), permitiendo obtener polvos de jamaica con valores que se encuentran por debajo de 0.3 logrando así inhibir prácticamente el deterioro y el crecimiento microbiano, ofreciendo por tanto una buena estabilidad.
- Las mayores eficiencias de encapsulación obtenidas se alcanzaron con el secado por aspersión asistido por electro sonicación, donde la aplicación de mayor cantidad de pulsos (30 pulsos por minuto) permitió encapsular las antocianinas presentes en el extracto de jamaica de manera más eficiente respecto al secado por aspersión utilizando un aspersor de nebulización.
- Los polvos de jamaica obtenidos mediante el secado por aspersión asistido por electro sonicación presentaron una mayor capacidad antioxidante que los obtenidos mediante el secado por aspersión empleando un aspersor de nebulización.

## 8. ANEXOS

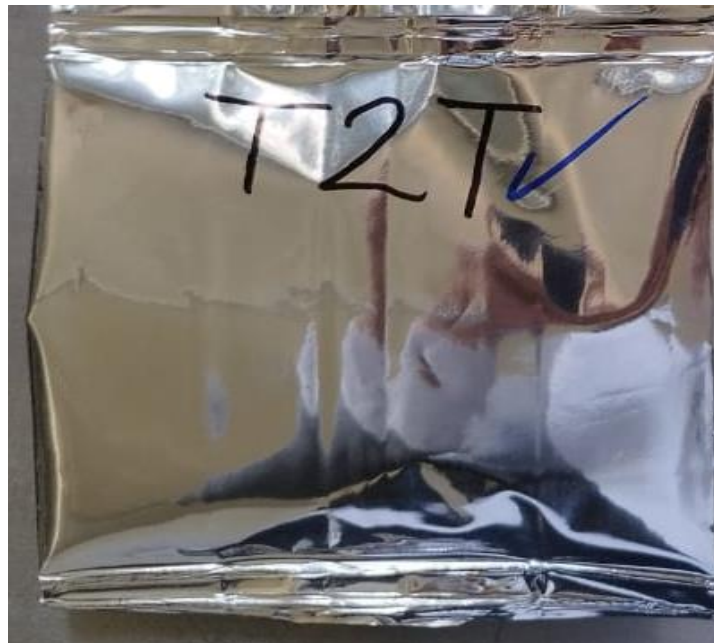
### Anexo 1. Secador por aspersion y aspersor de nebulización utilizados.



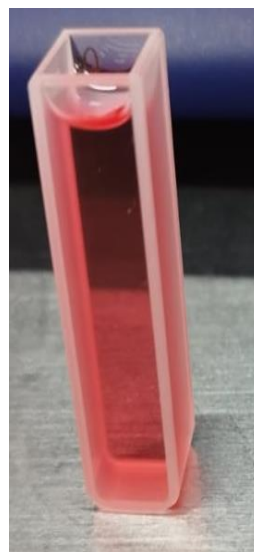
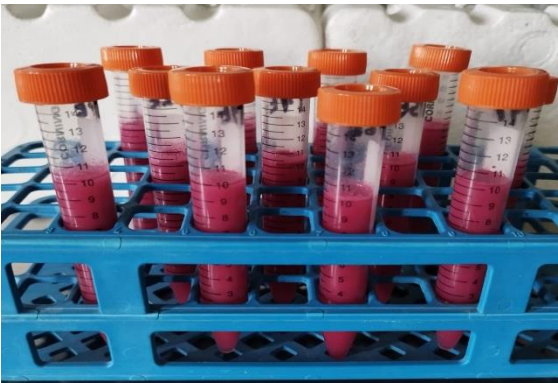
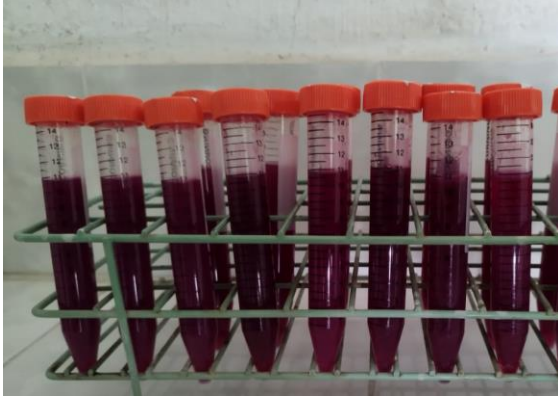
### Anexo 2. Determinación del contenido de humedad en los polvos de jamaica.



### Anexo 3. Determinación de actividad del agua en los polvos de jamaica.

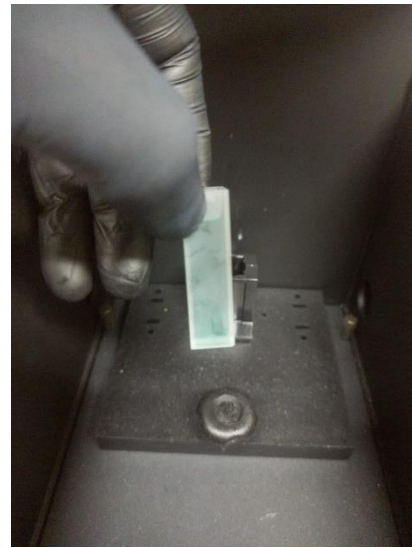
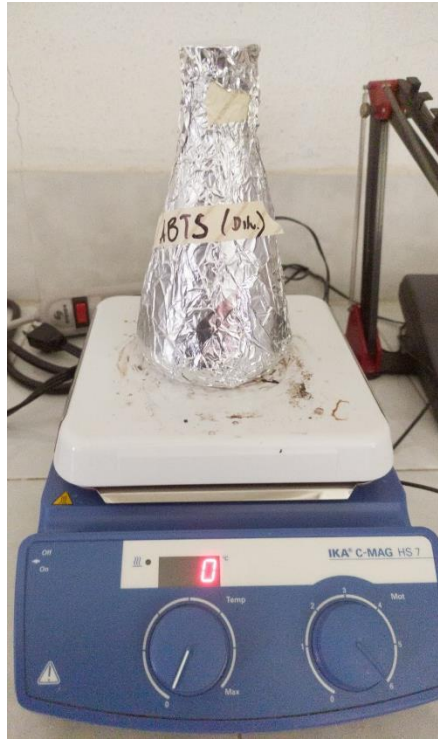


**Anexo 4. Determinación del contenido de antocianinas totales, superficiales y eficiencia de encapsulación.**





### Anexo 5. Determinación de capacidad antioxidante.





## 9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- Al-Kahtani, H., & Hassan, B. (1990). Spray drying of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) extract. *Journal of Food Science* Vol. 55, 1073–1076.
- Anandharamakrishnan, C., & Padma Ishwarya, S. (2015). Introduction to spray drying. *Spray drying techniques for food ingredients Encapsulation*. First Edition. Hoboken. Nueva Jersey.: John Wiley & Sons, Ltd. p.1-36.
- AOAC, Horowitz W. (ed.). (1990). *Methods of analysis of the association of official analytical chemists*, (14th edition). Washington, DC: Association of Official Analytical Chemists.
- Archaina, D., Vasile, F., Jiménez-Guzmán, J., Alamilla-Beltrán, L., & Schebor, C. (2019). Physical and functional properties of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.)
- Aceituno-Medina, M., Mendoza, S., Lagaron, J. M., & López-Rubio, A. (2013). Development and characterization of food-grade electrospun fibers from amaranth protein and pullulan blends. *Food Research International*, 54(1), 667–674. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.07.055>
- Alehosseini, A., Sarabi-Jamab, M., Ghorani, B., & Kadkhodae, R. (2019). Electro-encapsulation of *Lactobacillus casei* in high-resistant capsules of whey protein containing transglutaminase enzyme. *LWT – Food Science and Technology*, 102, 150–158. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.12.022>
- Amara, C. B., Eghbal, N., Degraeve, P., & Gharsallaoui, A. (2016). Using complex coacervation for lysozyme encapsulation by spray-drying. *Journal of Food Engineering*, 183, 50-57. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2016.03.016>.
- Ardila, N., Aji, Z., Heuzey, M.-C., & Aji, A. (2018). Chitosan electrospaying: Mapping of process stability and micro and nanoparticle formation. *Journal of Aerosol Science*, 126, 85–98. <https://doi.org/10.1016/j.jaerosci.2018.08.010>.



- Boda, S. K., Li, X., & Xie, J. (2018). Electro spraying an enabling technology for pharmaceutical and biomedical applications: A review. *Journal of Aerosol Science*, 125, 164–181. <https://doi.org/10.1016/j.jaerosci.2018.04.002>
- Cai, S., Zhao, M., Fang, Y., Nishinari, K., Phillips, G. O., & Jiang, F. (2014). Microencapsulation of *Lactobacillus acidophilus* CGMCC1.2686 via emulsification/internal gelation of alginate using Ca-EDTA and CaCO<sub>3</sub> as calcium sources. *Food Hydrocolloids*, 39, 295–300. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.01.021>.
- Carin, M., Barthès-Biesel, D., Edwards-Lévy, F., Postel, C., & Andrei, D. C. (2003). Compression of biocompatible liquid-filled HSA-alginate capsules: Determination of the membrane mechanical properties. *Biotechnology and Bioengineering*, 82(2), 207–212. <https://doi.org/10.1002/bit.10559>
- Cerqueira, M. A., Fabra, M. J., Castro-Mayorga, J. L., Bourbon, A. I., Pastrana, L. M., Vicente, A. A., & Lagaron, J. M. (2016). Use of electro spraying to develop antimicrobial biodegradable multilayer systems: Encapsulation of cinnamaldehyde and their physicochemical characterization. *Food and Bioprocess Technology*, 9(11), 1874. <https://doi.org/doi.doi.doi.10.1007/s11947-016-1772-4>
- CHAUMEIL, J. C. (1986). Tablets of metronidazole microcapsules. *International Journal of Pharmaceutical Sciences*, 29, 83-92.
- de Campo, C., Dos Santos, P. P., Costa, T. M. H., Paese, K., Guterres, S. S., Rios, A. D. O., & Flôres, S. H. (2017). Nanoencapsulation of chia seed oil with chia mucilage (*Salvia hispanica* L.) as wall material: Characterization and stability evaluation. *Food Chemistry*, 234, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.04.153>
- Del Río, J. C., Prinsen, P., & Gutiérrez, A. (2013). Chemical composition of lipids in brewer's spent grain: A promising source of valuable phytochemicals. *Journal of Cereal Science*, 58(2), 248–254. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2013.07.001>



- Drosou, C., Krokida, M. & Biliaderis, C. G. (2022). Encapsulation of  $\beta$ -carotene into food-grade nanofibers via coaxial electrospinning of hydrocolloids: Enhancement of oxidative stability and photoprotection. *Food Hydrocolloids*, 133, 107949. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.107949>
- Eshun, K., & He, Q. (2004). Aloe vera: a valuable ingredient for the food, pharmaceutical and cosmetic industries - a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 44(2), 91–96. <https://doi.org/10.1080/10408690490424694>
- García-Salcedo, Á. J., Torres-Vargas, O. L., Del Real, A., Contreras- Jiménez, B., & Rodríguez-García, M. E. (2018). Pasting, viscoelastic, and physicochemical properties of chia (*Salvia hispanica* L) flour and mucilage. *Food Structure*, 16, 59–66. <https://doi.org/10.1016/j.foostr.2018.03.004>
- Ghorani, B., & Tucker, N. (october de 2015). Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. *Food Hydrocolloids*, 52, 227-240. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.05.024>.
- Hadad, S., & Goli, S. A. H. (2019). Improving oxidative stability of flaxseed oil by encapsulation in electrospun flaxseed mucilage nanofiber. *Food and Bioprocess Technology*, 12(5), 829. <https://doi.org/10.1007/s11947-019-02259-1>
- Islam Shishir, M. R., Xie, L., Sun, C., Zheng, X., & Chen, W. (2018). Advances in micro and nano-encapsulation of bioactive compounds using biopolymer and lipid-based transporters. *Trends in Food Science & Technology*, 78, 34-60. doi:<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.05.018>.
- Jouki, M., Mortazavi, S. A., Yazdi, F. T., & Koocheki, A. (2014). Optimization of extraction, antioxidant activity and functional properties of quince seed mucilage by RSM. *International Journal of Biological Macromolecules*, 66, 113–124. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.02.026>



- Li, J., Zhang, H., & Liu, Q. (2018). Dynamics of a successive train of monodispersed millimetric-sized droplets impact on solid surfaces at low Weber number. *Experimental Thermal and Fluid Science*, 102, 81–93. <https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2018.08.029>
- Liu, Z.-P., Zhang, -L.-L., Yang, -Y.-Y., Wu, D., Jiang, G., & Yu, D.-G. (2018). Preparing composite nanoparticles for immediate drug release by modifying electrohydrodynamic interfaces during electrospraying. *Powder Technology*, 327, 179–187. <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2017.12.066>
- Moreau, D. R. (1993). Microstructure and fat extractability in microcapsules based on whey proteins or mixtures of whey proteins and lactose. *Food Structure* (12), 457-468.
- Neubauer, M. P., Poehlmann, M., & Fery, A. (2014). Microcapsule mechanics: From stability to function. *Advances in Colloid and Interface Science*, 207, 65–80. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2013.11.016>
- Nesterenko, A., Alric, I., Silvestre, F., & Durrieu, V. (2013). Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. *Industrial Crops and Products*, 42(1), 469–479. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.06.035>
- Niu, B., Shao, P., Luo, Y., & Sun, P. (2020). Recent advances of electrosprayed particles as encapsulation systems of bioactives for food application. *Food Hydrocolloids*, 99, 105376. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105376>
- Ozilgen, S., & Bucak, S. (2018). Functional Biopolymers in. In F. Manufacturing, A. M. Grumezescu, & A. M. Holban, (Eds.), *Biopolymers for food design* (pp. pp. 157–189). <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-811449-0.00006-2>
- Ogrodowska, D., Tańska, M., Brandt, W., & Czaplicki, S. (2019). The influence of emulsion drying on the fatty acid composition, bioactive compounds content and oxidative stability of encapsulated bio-oils. *CyTA - Journal of Food*, 17(1), 949-959. doi:<https://doi.org/10.1080/19476337.2019.1676316>



- Pedroza-Islas, R. (2002). Alimentos Microencapsulados: Particularidades de los Procesos para la Microencapsulación de Alimentos para Larvas de Especies Acuícolas. *Avances En Nutrición Acuicola VI. Memorias Del VI Simposium Internacional de Nutrición Acuicola*, 438–447. <https://doi.org/10.3305/nh.2014.29.6.7047>
- Pérez-Masiá, R., López-Nicolás, R., Periago, M. J., Ros, G., Lagaron, J. M., & López-Rubio, A. (2015). Encapsulation of folic acid in food hydrocolloids through nanospray drying and electrospraying for nutraceutical applications. *Food Chemistry*, 168, 124–133. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2014.07.051>
- Poletto, G., Raddatz, G. C., Cichoski, A. J., Zepka, L. Q., Lopes, E. J., Barin, J. S., Wagner., R., & de Menezes, C. R. (2019). Study of viability and storage stability of *Lactobacillus acidophilus* when encapsulated with the prebiotics rice bran, inulin and Hi-maize. *Food Hydrocolloids*, 95, 238–244. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.04.049>
- Sari, R. S., de Almeida, A. C., Cangussu, A. S., Jorge, E. V., Mozzer, O. D., & Santos, H. O. (2016). Anti-botulism single-shot vaccine using chitosan for protein encapsulation by simple coacervation. *Anaerobe*, 42, 182-187. doi:<https://doi.org/10.1016/j.anaerobe.2016.10.013>.
- Schuldt, U., Woehlecke, H., & Lerche, D. (2019). Characterization of mechanical parameters of microbeads by means of analytical centrifugation. *Food Hydrocolloids*, 86, 201–209. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.07.005>
- Sadeghi-Varkani, A., Emam-Djomeh, Z., & Askari, G. (2018). Physicochemical and microstructural properties of a novel edible film synthesized from Balangu seed mucilage. *International Journal of Biological Macromolecules*, 108, 1110–1119. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.029>
- Shao, Y., Wu, C., Wu, T., Yuan, C., Chen, S., Ding, T., Ye, X., & Hu, Y. (2018). Green synthesis of sodium alginate-silver nanoparticles and their antibacterial



- activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111, 1281–1292.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.01.012>
- Sparks, R. (1981). Microencapsulation. (K. Othmer, Ed.) *Encyclopedia of Chemical Technology*, 15, 470.
- Tapia-Hernández, J. A., Torres-Chávez, P. I., Ramírez-Wong, B., Rascón-Chu, A., Plascencia-Jatomea, M., Barreras-Urbina, C. G., & Rodríguez-Félix, F. (2015). Micro- and nanoparticles by electrospray: advances and applications in foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63(19), 4699–4707.  
<https://doi.org/10.1021/acs.jafc.5b01403>
- Vila Jato, J. L. (1997). *Tecnología Farmacéutica*. Madrid: Síntesis. S.A.
- Wen, P., Zong, M.-H., Linhardt, R. J., Feng, K., & Wu, H. (2017). Electrospinning: A novel nano-encapsulation approach for bioactive compounds. *Trends in Food Science & Technology*, 70, 56-68.  
doi:<https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.10.009>.
- Young, C. J., Poole-Warren, L. A., & Martens, P. J. (2012). Combining submerged electrospray and UV photopolymerization for production of synthetic hydrogel microspheres for cell encapsulation. *Biotechnology and Bioengineering*, 109(6), 1561–1570. <https://doi.org/10.1002/bit.24430>
- Zhao, M., Qu, F., Wu, Z., Nishinari, K., Phillips, G. O., & Fang, Y. (2017). Protection mechanism of alginate microcapsules with different mechanical strength for *Lactobacillus plantarum* ST-III. *Food Hydrocolloids*, 66, 396–402.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.12.013>
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P., Ramos, A., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 5 (4), 420–428.
- Chegini, G., & Ghobadian, B. (2005). Effect of Spray-Drying Conditions on Physical Properties of Orange Juice Powder. *Drying Technology*, 23, 657–668.



- Chen, C.-C., Hsu, J.-D., Wang, S.-F., Chiang, H.-C., Yang, M.-Y., Kao, E.-S., . . . Wang, C.-J. (2003). Hibiscus sabdariffa extract inhibits the development of atherosclerosis in cholesterol-fed rabbits. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 51, 5472-5477.
- Díaz-Bandera, D., Villanueva-Carvajal, A., Dublán-García, O., Quintero-Salazar, B., & Dominguez-López, A. (2015). Assessing release kinetics and dissolution of spray-dried Roselle (*Hibiscus sabdariffa*L.) extract encapsulated with different carrier agents. *LWT - Food Science and Technology*, 10.1016/j.lwt.2015.06.047.
- Dos Santos Martins, D. R., Sanjinez-Argandoña, E. J., Ortega, N. d., Dos Santos Garcia, V. A., Soares de Oliveira, V., & Lima Cardoso, C. A. (2019). Production and characterization of Hibiscus sabdariffa by spray dryer using different sprinkler nozzles and carrier agents. *Journal of Food Processing and Preservation*, DOI: 10.1111/jfpp.14493.
- Duke, J., Jo Bogenschutz-Godwin, M., Duce, J., & Duke, P. (2003). *Handbook of medicinal spices*. CRC Press LLC. New York, USA. 348 p. New York, USA.: CRC Press LLC. 348 p.
- Farias-Cervantes, V., Delgado-Licon, E., Solís-Soto, A., Medrano-Roldan, H., & Andrade-González, I. (2016). Effect of Spray Drying Temperature and Agave Fructans Concentration as Carrier Agent on the Quality Properties of Blackberry Powder. *International Journal of Food Engineering*, 5(12), 451–459.
- Fang, Z., & Bhandari, B. (2011). Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyphenols. *Food Chemistry*, 129, 1139–1147.
- Fazaeli, M., Emam-djomeh, Z., Ashtari, A., & Omid, M. (2012). Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and Bioproducts Processing*, 90(4), 667–675.
- Galicia-Flores, L., Salinas-Moreno, Y., Espinoza-García, B., & Sánchez-Feria, C. (2008). Caracterización fisicoquímica y actividad antioxidante de extractos de





- jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L.) nacional e importada. *Revista Chapingo Serie Horticultura.*, 14 (2):121-129.
- García-Moreno, P., Pelayom, A., Yu, S., Busolo, M., Lagaron, J., Chronakis, I., & Jacobsen, C. (2018). Physicochemical characterization and oxidative stability of fish oil loaded electrosprayed capsules: Combined use of whey protein and carbohydrates as wall materials. *Journal of Food Engineering*, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.03.005>.
- Giusti, M. M., & Wrolstad, R. E. (2001). Characterization and measurement of Anthocyanins with uv-visible spectroscopy. New York.: Wrolstad RE editors. *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*.
- Gonzalez-Palomares, S., Estarrón-Espinosa, M., Gómez-Leyva, J., & Andrade-González, I. (2009). Effect of the Temperature on the Spray Drying of Roselle Extracts (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Plant Foods for Human Nutrition*, 64:62–67.
- Goula, A., & Adamopoulos, K. (2010). A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science and Emerging Technologies* Vol.11, 342–351.
- Goula, A., Adampoulos, K., & Kazakis, N. (2004). Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Drying Technology*. Vol. 22, 1129–1151.
- Hirunpanich, V., Utaipata, Morales, N., Bunyaphatsaea, N., Sato, H., Herunsalee, A., & Suthinsisang, C. (2005). Antioxidant effect of aqueous extracts from dried calyx of *Hibiscus sabdariffa* Linn. (Roselle) in vitro using rat low density lipoprotein (LDL). *Biological and Pharmaceutical Bulletin*, 28(3), 481-484.
- Jangam, S., & Thorat, B. (2010). Optimization of Spray Drying of Ginger Extract. *Drying Technology*, 28,1426–1434.
- Jinapong N., S. M. (2008). Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84, 194–205.



- Katekhong, W., & Charoenrein, S. (2018). Influence of Spray Drying Temperatures and Storage Conditions on Physical and Functional Properties of Dried Egg White. *Drying Technology*, 36, 169–177.
- Legako, J., & Turgut Dunford, N. (2010). Effect of Spray Nozzle Design on Fish Oil–Whey Protein Microcapsule Properties. *Journal of Food Science*, 75(6), E394–E400.
- Masters, K. (1991). *Spray Drying Handbook*, 5th edition. Harlow: Longman Scientific and Technical.
- Niu, B., Shao, P., Luo, Y., & Sun, P. (2019). Recent advances of electrosprayed particles as encapsulation systems of bioactives for food application. *Food Hydrocolloids*, 1-12.
- Tonon, R., Brabet, C., & Hubinger, M. (2008). Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88, 411–418.
- Tsai, P., Mcintosh, J., Pearce, P., Camden, B., & Jordan, B. (2002). Anthocyanin and antioxidant capacity in Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) extract. *Food Research International*, 35, 351-356.