

Efecto de las condiciones de operación del secado por aspersión sobre la eficiencia de encapsulación y bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de cáscara de cacao

Lina Rocio Ibañez Barrera y Luisa Fernanda Machuca Guatibonza

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniero Químico

Modalidad investigación

Director

Luis Javier López Giraldo

Doctor en Química Bioquímica y Ciencia de Alimentos

Codirectora

Astrid Natalia González Morales

Ingeniera Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Ingeniería Química

Bucaramanga

2024

Dedicatoria

A mi querida madre, quien con su ejemplo ha sido mi guía, demostrándome que nada es imposible cuando se desea algo. Su amor incondicional y sus sacrificios han sido el impulso detrás de cada uno de mis logros.

Admiro su fortaleza más que nunca, comprendiendo el inmenso esfuerzo que ha dedicado en cada paso de mi vida. Le agradezco de todo corazón sus palabras de aliento y su constante estímulo. Prometo retribuirle todo el esfuerzo y dedicación que me ha brindado. Gracias por ser mi ejemplo de perseverancia. Estaré eternamente agradecida.

Gracias por tanto.

Luisa Fernanda G.

A Dios, por darme la vida, la salud y la fortaleza necesarias para enfrentar cada reto que la vida me ha presentado. A mis padres, Marlen Ibañez y Graciela Barrera, por su apoyo incondicional en cada etapa de mi vida. Su sacrificio, entrega y amor infinito han sido mi ancla y mi faro, guiándome y motivándome a ser una mejor persona cada día. Gracias por ser mi polo a tierra y mi inspiración constante. A mi compañero de vida, Diego Rincón, quien ha sido mi refugio y mi mayor apoyo. Gracias por estar a mi lado en los momentos buenos y malos, por sostener mi mano y ofrecerme tu paciencia, generosidad y amor sin límites. Has sido mi motivación diaria y mi fuerza en los días difíciles. Eres un hombre con un corazón noble y generoso; te admiro profundamente y agradezco todo lo que haces por mí.

Este trabajo y los años de estudio son un reflejo del amor, el apoyo y el esfuerzo que recibo todos los días de mis padres y mi novio. A ustedes les debo todo lo que he logrado y todo lo que soy.

Lina Rocío Ibañez Barrera

Agradecimientos

Expresamos nuestro más sincero agradecimiento al profesor Luis Javier López Giraldo, director de este trabajo de investigación, por su guía y apoyo constante durante todo el proceso. Agradecemos también a nuestra codirectora, Astrid Natalia González Morales, por su acompañamiento, dedicación y valiosos aportes, que han sido fundamentales para la realización de esta tesis. Extendemos nuestra gratitud al laboratorio de Alimentos CICTA y a todo su personal por proporcionar los recursos y el ambiente propicio para el desarrollo de esta investigación.

Tabla de Contenido

Introducción	14
1.Objetivos	17
1.1 Objetivo General	17
1.2 Objetivos Específicos.....	17
2. Estado del arte.....	18
3. Metodología	24
3.1 Fase 1 Evaluación de la eficiencia y rendimiento de encapsulación mediante la modificación de condiciones operativas en el equipo de secado por aspersión.....	25
3.1.1 Extracción de polifenoles.....	25
3.1.2 Encapsulado de los extractos mediante secado por aspersión	26
3.1.3 Eficiencia de encapsulación, eficiencia de carga y rendimiento.....	28
3.1.4 Perfil de compuestos polifenólicos	30
3.2 Fase 2 Evaluación de las condiciones de encapsulamiento para determinar la mejor condición operativa con la cual se obtiene la mayor bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de la cáscara de cacao.....	31
3.2.1 Digestión in vitro	31
3.2.2 Cuantificación de polifenoles totales y capacidad antioxidante	33
3.2.3 Bioaccesibilidad.....	34
4. Resultados y discusión.....	35
4.1 Fase 1 Evaluación de la eficiencia y rendimiento de encapsulación mediante la modificación de condiciones operativas en el equipo de secado por aspersión.....	35

4.1.1 Encapsulado de los extractos mediante secado por aspersión.	35
4.1.2 Rendimiento de encapsulación, contenido total de polifenoles, eficiencia de carga y eficiencia de encapsulación.....	39
4.1.2.1 Rendimiento de encapsulación.	41
4.1.2.2 Contenido total de polifenoles	45
4.1.2.3 Eficiencia de carga.....	49
4.1.2.4 Eficiencia de encapsulación.....	51
4.1.3 Perfil de compuestos polifenólicos presentes en el extracto y microcápsulas.....	55
4.2 Fase 2 Evaluación de las condiciones de encapsulamiento para determinar la mejor condición operativa con la cual se obtiene la mayor bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de la cáscara de cacao.....	56
4.2.1 Capacidad antioxidante	56
4.2.2 Bioaccesibilidad.....	59
5. Conclusiones.....	63
6. Recomendaciones	64
Referencias Bibliográficas	65
Apéndices.....	73

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 <i>Diseño experimental</i>	27
Tabla 2 <i>Composición de soluciones electrolíticas simuladas</i>	32
Tabla 3 <i>Características de las microcápsulas obtenidas</i>	36
Tabla 4 <i>Variables de respuesta obtenidas de las microcápsulas durante el proceso de secado por aspersión</i>	39
Tabla 5 <i>Efectos estimados para rendimiento</i>	42
Tabla 6 <i>Efectos estimados para CTP</i>	46
Tabla 7 <i>Efectos estimados para eficiencia de carga</i>	50
Tabla 8 <i>Efectos estimados para eficiencia de encapsulación</i>	52
Tabla 9 <i>Heurísticas para las variables de respuesta</i>	54
Tabla 10 <i>Perfil de compuestos polifenólicos del extracto polifenólico y microcápsulas</i>	55
Tabla 11 <i>Contenido total de polifenoles liberados y porcentaje de bioaccesibilidad en cada una de las fases simuladas</i>	60
Tabla 12. <i>Perfiles de temperatura de entrada, del gas de secado y del producto por Spray-Dryer</i>	73
Tabla 13 <i>Datos curva de calibración</i>	80
Tabla 14 <i>Datos cálculo de CTP y CSP</i>	81
Tabla 15 <i>Datos curva de calibración Epicatequina</i>	82
Tabla 16 <i>Cromatogramas estándar de referencia Epicatequina</i>	83
Tabla 17 <i>Datos curva de calibración Catequina</i>	85
Tabla 18 <i>Cromatogramas estandar de referencia Catequina</i>	86

Tabla 19 <i>Cromatogramas extracto líquido</i>	87
Tabla 20 <i>Cromatogramas microcápsulas</i>	87
Tabla 21 <i>Datos % Biacesibilidad</i>	91

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1 <i>Esquema de la metodología de investigación</i>	24
Figura 2 <i>Pretratamiento de la cascara de cacao</i>	25
Figura 3 <i>Ensayo de digestión gastrointestinal in vitro</i>	33
Figura 4 <i>Comportamiento de las variables analizadas</i>	40
Figura 5 <i>Diagrama de pareto de efectos principales sobre la variable de respuesta rendimiento</i>	43
Figura 6 <i>Gráfica de efectos principales para rendimiento</i>	43
Figura 7 <i>Gráfica de efectos de interacción para rendimiento</i>	43
Figura 8 <i>Diagrama de pareto de efectos principales para CTP</i>	46
Figura 9 <i>Gráfica de efectos de interacción para CTP</i>	47
Figura 10 <i>Gráfica de efectos principales para CTP</i>	47
Figura 11 <i>Diagrama de pareto de efectos principales para eficiencia de carga</i>	50
Figura 12 <i>Gráfica de efectos principales para eficiencia de carga</i>	51
Figura 13 <i>Gráfica de efectos de interacción para eficiencia de carga</i>	51
Figura 14 <i>Diagrama de Pareto de efectos principales para eficiencia de encapsulación</i>	52
Figura 15 <i>Gráfica de efectos principales para eficiencia de encapsulación</i>	53
Figura 16 <i>Gráfica de efectos de interacción para eficiencia de encapsulación</i>	53
Figura 17 <i>Capacidad antioxidante y contenido total de polifenoles de microcápsulas antes y después de ser digeridas</i>	56
Figura 18 <i>Capacidad antioxidante de muestras antes y después de la digestión en la fase intestinal</i>	57

Figura 19 <i>Porcentaje de bioaccesibilidad en el sistema gastrointestinal</i>	60
Figura 20 <i>Contenido total de polifenoles antes de la digestión y CTP liberados en la fase intestinal</i>	62
Figura 21 <i>Curva de calibración</i>	81
Figura 22 <i>Curva de calibración Epicatequina</i>	83
Figura 23 <i>Curva de calibración Catequina</i>	85
Figura 24 <i>Gráfica capacidad antioxidante punto estrella</i>	88
Figura 25 <i>Gráfica capacidad antioxidante punto central</i>	88
Figura 26 <i>Gráfica capacidad antioxidante muestra 7</i>	89
Figura 27 <i>Gráfica capacidad antioxidante muestra 6</i>	89
Figura 28 <i>Gráfica capacidad antioxidante muestra 5</i>	90

Lista de Apéndices

	pág.
Apéndice A. Perfiles de temperatura de entrada, del gas de secado y del producto en el equipo de secado por aspersión	73
Apéndice B. Curva de calibración Ácido Gálico	80
Apéndice C. Datos de densidad óptica, peso de muestra y volumen de dilución para el cálculo de CTPf y CSP.....	81
Apéndice D. Curvas de calibración estándares de referencia	82
Apéndice E. Gráficas capacidad antioxidante	88
Apéndice F. Datos cálculo porcentaje de bioaccesibilidad.....	91

Glosario

Actividad biológica: acciones diversas (antioxidante, antiinflamatoria, antiviral, analgésica, etc) que ejercen los compuestos activos sobre organismos vivos, particularmente en términos de beneficios para la salud.

Bioaccesibilidad: cantidad de un compuesto disponible para su absorción después de la digestión gastrointestinal.

Biodisponibilidad: medida en que un compuesto entra en el torrente sanguíneo para ejercer bioactividad.

Capacidad antioxidante: potencial de una sustancia o compuesto para inhibir o dificultar la oxidación de un sustrato, incluso en cantidades mínimas.

Compuesto activo: sustancia química presente en ciertos alimentos y plantas, con efectos beneficiosos para la salud.

Efecto cuadrático: indica que la relación entre la variable independiente y la variable de respuesta incluye una curvatura, es decir, no es una línea recta, sino una parábola.

Efecto lineal: indica una relación lineal entre la variable independiente y la variable de respuesta. Esta relación lineal implica que, al aumentar o disminuir la variable independiente, la variable de respuesta cambia en una cantidad constante representada por el coeficiente de proporcionalidad.

Polifenoles: compuestos activos biológicos presentes en plantas y alimentos de origen animal, se caracterizan por sus propiedades antioxidantes, las cuales son beneficiosas para la salud.

Resumen

Título: Efecto de las condiciones de operación del secado por aspersión sobre la eficiencia de encapsulación y bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de cáscara de cacao*

Autor: Lina Rocio Ibañez Barrera y Luisa Fernanda Machuca Guatibonza**

Palabras Clave: Secado por aspersión, condiciones operativas, eficiencia, bioaccesibilidad, polifenoles, actividad antioxidante.

Descripción: La cáscara de cacao, que constituye entre el 52-70% del peso fresco del fruto, contiene compuestos bioactivos beneficiosos para la salud, pero son inestables bajo ciertas condiciones ambientales. Para proteger estos compuestos y prolongar su actividad biológica, se emplean técnicas de encapsulación. Este estudio evaluó las condiciones de secado por aspersión para encapsular extractos polifenólicos de la cáscara de cacao de la especie CCN-51, ajustando variables operativas como la temperatura del aire de secado, el flujo de alimentación de muestra y el caudal volumétrico del aire de secado. Se analizaron parámetros como el rendimiento y eficiencia de carga, la bioaccesibilidad de compuesto activo bajo digestión *in vitro* y su actividad antioxidante. El contenido total de polifenoles en las microcápsulas, tanto digestadas como sin digerir, se determinó mediante el método Folin-Ciocalteu, la cuantificación de los principales compuestos polifenólicos se realizó mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC UV-VIS). La capacidad antioxidante se evaluó mediante la técnica de absorción de radicales de oxígeno (ORAC) y la bioaccesibilidad se determinó simulando el tracto gastrointestinal. Un análisis de varianza (ANOVA) permitió identificar los efectos principales e interacciones de los factores en el diseño experimental. La mejor condición reportada incluyó una temperatura de secado de 165°C, flujo de alimentación de 12 ml/min y caudal volumétrico del aire de secado de 32 m³/h. Bajo estas condiciones, se obtuvo un contenido total de polifenoles (CTP) de 14,938 ± 0,292 mgEAG/gEE, una eficiencia de carga del 38,302% ± 0,314 y una capacidad antioxidante de 1001,814 ± 34,696 μmol/g de muestra. Los resultados demostraron que las condiciones operativas afectan significativamente las variables de respuesta. El rendimiento aumentó con la temperatura y la disminución del flujo. La temperatura mostró un efecto positivo sobre el CTP, aunque incrementos excesivos pueden degradar los compuestos polifenólicos.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Ingeniería Química. Director: Luis Javier López Giraldo. Doctor en Química Bioquímica y Ciencia de Alimentos. Codirector: Astrid Natalia González Morales. Ingeniera Química.

Abstract

Title: Effect of spray drying operating conditions on the encapsulation efficiency and bioaccessibility of polyphenols extracted from cocoa husk*

Author(s): Lina Rocio Ibañez Barrera y Luisa Fernanda Machuca Guatibonza**

Key Words: Spray drying, operating conditions, efficiency, bioaccessibility, polyphenols, antioxidant activity.

Description: The cocoa husk, which constitutes between 52-70% of the fresh weight of the fruit, contains bioactive compounds beneficial to health, but they are unstable under certain environmental conditions. To protect these compounds and prolong their biological activity, encapsulation techniques are used. This study evaluated spray drying conditions to encapsulate polyphenolic extracts from cocoa shell of the CCN-51 species, adjusting operational variables such as drying air temperature, sample feed flow and volumetric flow rate of drying air. Parameters such as performance and loading efficiency, bioaccessibility of the active compound and its antioxidant activity were analyzed. The total polyphenol content in the microcapsules, both digested and undigested, is processed using the Folin-Ciocalteu method, the quantification of the main polyphenolic groups was carried out using high-performance liquid chromatography (HPLC UV-VIS). The antioxidant capacity was evaluated by the oxygen radical absorption (ORAC) technique and the bioaccessibility is estimated by simulating the gastrointestinal tract. An analysis of variance (ANOVA) allowed us to identify the main effects and interactions of the factors in the experimental design. The best reported condition included a drying temperature of 165°C, feed flow of 12 ml/min and volumetric flow rate of the drying air of 32 m³/h. Under these conditions, a total polyphenol content (CTP) of 14.938 ± 0.292 mgEAG/gEE, a loading efficiency of 38.302% ± 0.314 and an antioxidant capacity of 1001.814 ± 34.696 μmol/g of sample were obtained. The results demonstrated that the operational variables significantly affect the response variables. The performance increased with temperature and decreasing flow. Temperature showed a positive effect on CTP, although excessive increases can degrade polyphenolic compounds.

* Degree Work

** Faculty of Physicochemical Engineering. Chemical Engineering School. Chemical Engineering. Director: Luis Javier López Giraldo. Doctor in Biochemical Chemistry and Food Science. Codirector: Astrid Natalia González Morales. Chemical Engineering.

Introducción

Colombia se posiciona en el puesto número diez como productor de cacao a nivel mundial (Ministerio de Agricultura, 2021), entre los departamentos con mayor producción de grano de cacao se encuentran Santander, con una participación nacional del 40,6%, seguido de Arauca con un 11,4% y posteriormente Antioquia con un 9,6% (Fedecacao, 2022); para el año 2021 la producción nacional alcanzó las 69040 toneladas de granos secos y fermentados. Según la Federación Nacional de Cacaoteros (FEDECACAO), la cáscara de cacao representa del 52-70% del peso fresco del fruto de cacao, es decir que para el mismo año se reportaron 2,1 millones de toneladas de cáscara como desecho (Fedecacao, 2022). Esta cantidad considerable de residuos genera problemáticas importantes, centradas en consecuencias ambientales como deterioro del paisaje, foco de proliferación de insectos, malos olores, inóculos de enfermedades por la podrición de la mazorca y su propagación en los cultivos, siendo la causa principal de pérdidas económicas de la actividad cacaotera. Debido a esto, han surgido iniciativas para el aprovechamiento de estos residuos, convirtiéndolos en materia prima para la producción de diferentes productos tales como mermeladas a base de pectina, alimento para animales (Cáceres, 2018) y la extracción de compuestos fitoquímicos benéficos para la salud, destacando particularmente los polifenoles.

Los compuestos polifenólicos son compuestos naturales que poseen una amplia gama de actividades biológicas, entre ellas se encuentran su capacidad antioxidante, antiinflamatoria, antiviral, antialérgica, antimicrobiano, antimutagénico y cardioprotector (Grgić et al., 2020), también pueden bloquear tumores latentes mediante inhibición directa de las células tumorales, reducen la presión sanguínea, el estrés oxidativo y previenen daños orgánicos en animales hipertensivos. Estudios muestran que, un consumo alto de flavonoides contribuye a la mejora de la función endotelial en pacientes con hipertensión e isquemia (Kenneth y Bautista, 2016). Sin

embargo, la estabilidad de los polifenoles se ve afectada por factores ambientales como la luz, la temperatura, el pH e incluso el oxígeno. Por esta razón, se han desarrollado técnicas de encapsulación que protegen estos compuestos activos, previniendo su degradación y preservando su actividad biológica. Una de las técnicas más comunes y viables económicamente para lograr esto es el encapsulamiento mediante secado por aspersión (Feng et al., 2018), la cual consiste en evaporar el agua presente de la mezcla extracto polifenólico y agente encapsulante mediante aire caliente; el líquido se inyecta al recipiente de secado a través de una boquilla o atomizador con el fin de obtener pequeñas gotas, seguido de esto se evapora el agua presente en la muestra, y luego las partículas secas son transportadas por la corriente de aire caliente, donde se separan haciendo uso de un ciclón. Al terminar el proceso, el producto final es un polvo seco (Ozkan et al., 2019). Las características de los polvos y la efectividad del secado por aspersión están relacionadas con las condiciones de procesamiento del secado, incluidos temperatura de secado, caudal de aire, caudal de alimentación, velocidad de atomización, tipo de agente encapsulante empleado y su concentración. Una variable importante durante el encapsulamiento es la velocidad de secado, afectada directamente por la temperatura de aire empleado, que acelera o disminuye el tiempo de secado. La variación térmica incide en el contenido final de agua. En condiciones de baja temperatura, se observa una evaporación más lenta, lo que conlleva a deformaciones en las microcápsulas provocando en estas una alta densidad, alto contenido de agua y poca fluidez, volviéndolas propensas a la aglomeración. Por otro lado, una temperatura alta del aire de entrada ocasiona una evaporación excesiva, lo que puede resultar en el rompimiento de la membrana, provocando la liberación prematura del contenido encapsulado, así como la degradación del compuesto activo y una pérdida de volátiles (Martínez, 2015). En cuanto al flujo de alimentación una velocidad de flujo de alimentación muy alta aumenta la humedad del polvo producido en el

secado, debido a que no permite un tiempo adecuado para la transferencia de calor desde el aire hacia la gota y del agua desde la gota hacia el aire (De Jesus y Maciel Filho, 2014).

Para asegurar la actividad biológica de los compuestos antioxidantes, es fundamental garantizar la liberación de estos en el intestino delgado (Chen et al., 2018). Por esta razón, simular el tracto gastrointestinal resulta de vital importancia, ya que permite evaluar la cantidad de polifenoles disponibles para su absorción tras de la digestión gastrointestinal. Esta simulación también permite identificar las condiciones operativas de secado que optimizan la liberación del compuesto activo, proporcionando una mayor liberación de este, asegurando así su efectividad y beneficios para la salud.

Considerando lo anterior, este estudio tuvo como objetivo evaluar el efecto de las condiciones del secado por aspersión en el encapsulamiento de extractos polifenólicos de cáscara de cacao de la especie CCN-51, utilizando goma arábica como agente encapsulante. El propósito fue identificar las condiciones óptimas de operación (temperatura del aire de secado, flujo de alimentación de muestra y caudal volumétrico de aire de secado) que maximicen el rendimiento, la eficiencia de carga y la bioaccesibilidad en el intestino delgado mediante digestión *in vitro* de los polifenoles encapsulados.

1.Objetivos

1.1 Objetivo General

Evaluar el efecto de las condiciones de operación del secado por aspersion sobre la eficiencia de encapsulación y bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de cáscara de cacao.

1.2 Objetivos Específicos

Evaluar la eficiencia y rendimiento de encapsulación mediante la modificación de las condiciones de operación (temperatura de entrada de aire de secado, caudal de aire y flujo de alimentación de muestra) de la técnica de *Spray Dryer*.

Determinar con cuál de las condiciones de encapsulamiento se consigue la mayor bioaccesibilidad de polifenoles presentes en los extractos de cáscara de cacao.

2. Estado del arte

La encapsulación es un proceso en que la materia activa o su mezcla se recubre con un polímero, proporcionándole protección contra factores externos negativos preservando la actividad biológica, mejorando la estabilidad de los compuestos activos y permitiendo la liberación controlada de estos compuestos en un ambiente determinado; además, la encapsulación permite enmascarar olores y sabores contribuyendo a mejores propiedades sensoriales de los productos encapsulados.

La eficiencia de encapsulación puede verse influenciada por muchos factores, como la técnica de encapsulación, las propiedades de los materiales de recubrimiento, los compuestos activos y las interacciones entre estos (Grgić et al., 2020). La encapsulación tiene la ventaja de ser un enfoque de estabilización no térmica, adecuado para compuestos naturales biológicamente activos sensibles a la temperatura, así mismo, el material de pared suele mejorar la estabilidad de los compuestos activos protegiéndolos de la exposición directa del aire y la luz. De esta manera se conserva e incluso mejora la actividad antioxidante inherente de los componentes activos. Este proceso aborda dos problemas clave relacionados con la baja biodisponibilidad de compuestos antioxidantes en forma libre y la necesidad de administrar concentraciones más elevadas de las moléculas de interés. En primer lugar, aborda la dificultad de mantener la forma molecular activa hasta el momento del consumo. En segundo lugar, aborda el tiempo insuficiente de residencia gástrica, que suele resultar en concentraciones considerablemente inferiores a las efectivas, según se determina en ensayos *in vitro* (Bartosz and Irene, 2019).

Dicho esto, existen diferentes métodos de encapsulación los cuales se clasifican en físicos, fisicoquímicos y químicos. Dentro de los métodos más comunes y aplicados se encuentran la liofilización, secado por aspersion y coacervación compleja. En cuanto a la liofilización es un

proceso utilizado para la deshidratación de casi todos los materiales y aromas sensibles al calor. La liofilización funciona congelando el material y luego reduciendo la presión circundante y agregando suficiente calor para permitir que el agua congelada en el material se sublime directamente de la fase sólida a la fase gaseosa (Fang y Bhandari, 2010). Por otro lado, el secado por aspersión se utiliza ampliamente en el ámbito comercial para la producción de polvo. Durante el secado por aspersión, el alimento se atomiza en gotas finas en una corriente de aire caliente. Estas gotas finas se secan segundos después de entrar en contacto con el aire caliente en la cámara de secado y se recogen en forma de polvo o gránulos (Lee et al., 2022).

Por su parte, la coacervación consiste en la separación de fases de uno o varios hidrocoloides de la solución inicial y la posterior deposición de la fase coacervada recién formada alrededor del ingrediente activo suspendido o emulsionado en el mismo medio de reacción. La encapsulación por coacervación se puede lograr simplemente con un solo soluto coloidal, como la gelatina, o mediante un proceso más complejo, por ejemplo, con gelatina y goma de acacia (Lee et al., 2022).

En un estudio comparativo realizado por (Feng et al., 2018), se encontró que el secado por aspersión ofrece una mayor densidad aparente y produce partículas más pequeñas, aunque el polvo resultante es menos satisfactorio en términos de sabor y color en comparación con la liofilización. La liofilización, por otro lado, produce un polvo con mejor sabor, color y contenido de componentes clave, además de una fuerte capacidad antioxidante, aunque con costos de producción más elevados. En consecuencia, para la producción de polvo de alta calidad, la liofilización es preferible, mientras que el secado por aspersión es más adecuado para una producción de bajo coste (Feng et al., 2018). El secado por aspersión puede ser más viable económicamente debido a que en el proceso de liofilización, además de los costos de producción

más altos y de la estructura porosa de los polvos liofilizados debido a la sublimación del hielo durante el proceso, se enfrenta a tiempos de proceso prolongados (más de 20 h) y un consumo energético elevado, lo que puede considerarse como factores limitantes a la hora de elegir una técnica de secado (De Jesus y Maciel Filho, 2014). Por otro lado, debido al hecho de que los polvos liofilizados deben triturarse o molerse hasta obtener polvos finos después del secado, se pueden encontrar problemas relacionados con la falta de control sobre el tamaño de las partículas. Además, el material activo dentro de la matriz de la cápsula está expuesto a la atmósfera a través de los poros en la superficie de la partícula. Como resultado, la naturaleza del material a encapsular, como su estructura porosa, es el factor más crítico para determinar para el uso de esta técnica, además de su alto costo (Ozkan et al., 2019).

En cuanto a la técnica de coacervación, esta es superior a otras técnicas de microencapsulación debido a su alta capacidad de carga, baja temperatura, pérdidas reducidas por evaporación o degradación térmica y compatibilidad para controlar la liberación de materiales activos. Además, no se requiere de un equipo específico para su implementación y cuenta con condiciones de preparación simples como solvente no tóxico y baja utilización de agitación (Ozkan et al., 2019). Sin embargo, la coacervación compleja generalmente no se asocia con formas definidas y se considera un método costoso para encapsular ingredientes alimentarios por la complejidad de la técnica debido a su gran número de pasos (Lee et al., 2022).

En general cada técnica de encapsulación posee ventajas y limitaciones dependiendo del ámbito de aplicación, condiciones de operación y material a secar, siendo el secado por aspersion uno de los métodos más usados por su bajo costo y eficiencia; se considera una técnica rápida, continua, simple, económica, reproducible y fácil de escalar en comparación con otros procesos de secado como la liofilización, el lecho fluidizado con aire caliente y el secado instantáneo, que

requieren un alto consumo de energía. Además, las partículas sólidas con bajo contenido de humedad, actividad de agua y sus propiedades de alta eficiencia, calidad y seguridad obtenidas después del proceso, poseen una mayor estabilidad química, física y microbiana debido a que el paso de secado final no es necesario en el secado por aspersión, mientras que es necesario para otras técnicas comunes (Ozkan et al., 2019).

El secado por aspersión comprende cuatro etapas de operación: atomización de la alimentación líquida en la cámara de pulverización, contacto entre la pulverización y el medio de secado, evaporación de la humedad y finalmente la separación de los productos químicos secos con la corriente de aire (Salgado, 2020). En dichas etapas las condiciones de temperatura de entrada del aire, así como el flujo de alimentación, flujo de aire y otras variables, desempeñan un papel fundamental en las propiedades, estabilidad y eficiencia de encapsulación de polifenoles. A continuación, se presentan estudios realizados por diferentes autores que demuestran el efecto de las condiciones de secado por aspersión sobre la eficiencia de encapsulación de varios extractos naturales.

En el trabajo realizado por Grassia (2018), se evaluó el rendimiento y eficiencia de encapsulación de polifenoles extraídos a partir de cáscara de cacao. Se realizaron pruebas a temperaturas de entrada del aire de secado de 120°C y 150°C, con flujos de alimentación de 6 ml/min y 9ml/min, caudal de aire 28 m³/h y emplearon relaciones de Polifenol (P): Agente Encapsulante (AE) (en este caso, maltodextrina) de 1:5, 1:10 y 1:15. Los resultados revelaron que el rendimiento del polvo aumentó en respuesta al incremento de la temperatura, en diferentes proporciones de P:AE. Además, se confirmó que la alimentación a alta temperatura y un flujo reducido mejoraron significativamente el rendimiento final de la encapsulación de polifenoles. En este sentido las condiciones que conducen a mejores resultados de rendimiento fueron: relación

P:AE (1:15), temperatura de entrada del aire secado (150°C) y un flujo de alimentación (6ml/min), dando un rendimiento de 80,68%. También corroboraron que la eficiencia de encapsulación se correlaciona únicamente con la relación núcleo agente de recubrimiento con los valores más altos para una relación de P:AE de 1:5, obteniendo un porcentaje de eficiencia de 94,63%.

Asimismo, en otra investigación realizada por Herrera (2013), se abordó la extracción y microencapsulación de compuestos antioxidantes presentes en las semillas de cacao y de copoazú. En este estudio, se evaluaron variables similares a las mencionadas previamente, como la relación entre P:AE (en este caso, maltodextrina) de 1:1, temperaturas del aire de secado de 150°C y 180°C , flujos de alimentación de 5, 12 y 15 ml/min, así como un flujo de aire de 4,3 m/s. Los resultados demostraron que las condiciones óptimas se alcanzaron a una temperatura de 150°C y un flujo de alimentación de 12 ml/min. Estas condiciones permitieron obtener rendimientos que oscilaron entre el 16 y el 17% y una concentración promedio en las cápsulas de 7,95 mgEAG/gEE.

En otro estudio llevado a cabo por Diaz et al. (2017) se evaluó el efecto de la encapsulación mediante secado por atomización en biocomponentes extraídos de la pitahaya amarilla. Este estudio permitió determinar que ciertas condiciones de secado son capaces de prolongar la estabilidad de los polifenoles totales hasta 72 horas y la capacidad antioxidante hasta 240 horas. Estas condiciones óptimas incluyeron una temperatura de entrada de 150°C y una concentración de agente encapsulante (maltodextrina de maíz con dextrosa) al 40%. Este proceso garantizó que la liberación de estos compuestos ocurriera en el intestino delgado, donde quedan disponibles para ser absorbidos por el organismo. Bajo dichas condiciones se logró una bioaccesibilidad equivalente al 90,8%.

De igual forma un estudio realizado por Valenzuela (2022), evaluó el efecto de los parámetros de encapsulación, temperatura y flujo de alimentación de secado por atomización sobre

la actividad antioxidante en extractos de café arábigo. Los valores de los factores evaluados fueron, concentración de mezcla de encapsulantes goma arábigo y maltrodextrina de 5 y 12%, temperatura de secado del atomizador de 150 y 180°C y flujo de alimentación 10 y 7 ml/min. El estudio demostró que el tratamiento con mayor contenido de polifenoles totales fue el que uso las siguientes condiciones, agente encapsulante 5%, temperatura 150°C y flujo 10 ml/min, obteniendo 100,02 mgEAG/gEE. En cuanto al rendimiento las condiciones que arrojaron el mayor porcentaje (69,67%), fueron, concentración agente encapsulante 12%, temperatura 180°C y flujo 7ml/min.

De los anteriores estudios se puede concluir que las condiciones del secado afectan de manera significativa el rendimiento y la eficiencia de encapsulación, así como las propiedades fisicoquímicas y funcionales de las micropartículas formadas. La temperatura de aire de entrada tiene una relación proporcional con la velocidad de secado de las micropartículas y el contenido de agua final. Cuando la temperatura de entrada es baja, la velocidad de evaporación del agua también lo es y los polvos obtenidos tienen un mayor contenido de humedad, alta densidad, baja fluidez y tendencia a aglomerarse, resultando en un bajo rendimiento de polvo, de igual forma influye en la formación de la costra que permite la retención del activo dentro de la micropartícula Rojas (2021).

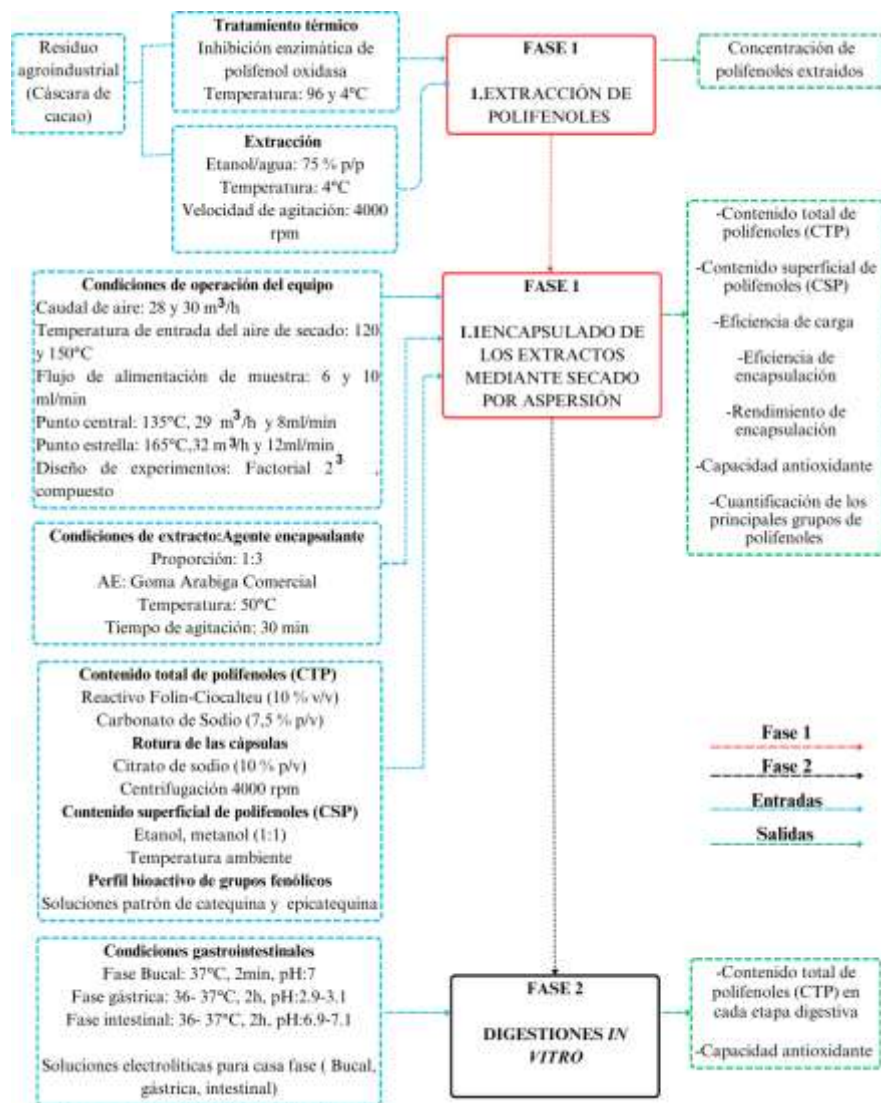
En cambio, una muy alta temperatura del aire de entrada al secador provocaría una rápida evaporación, lo que resultaría en el rompimiento de la membrana de recubrimiento, induciendo una liberación prematura del compuesto bioactivo, así como una degradación de éste. En cuanto al flujo de alimentación una velocidad de flujo de alimentación muy alta aumenta la humedad del polvo producido en el secado, debido a que no permite un tiempo adecuado para la transferencia de calor desde el aire hacia la gota y del agua desde la gota hacia el aire (Rojas, 2021). Valenzuela Cornejo (2022) explica que flujos de alimentación altos otorgan un corto tiempo en la cámara de

secado, ocasionando una transferencia de calor corta con menor eficiencia y tasa de evaporación baja, lo que conduce a la obtención de un producto con humedad alta y partículas porosas. Por lo cual es necesario bajar la velocidad de flujo de alimentación y aumentar la temperatura de entrada.

3. Metodología

Figura 1

Esquema de la metodología de investigación



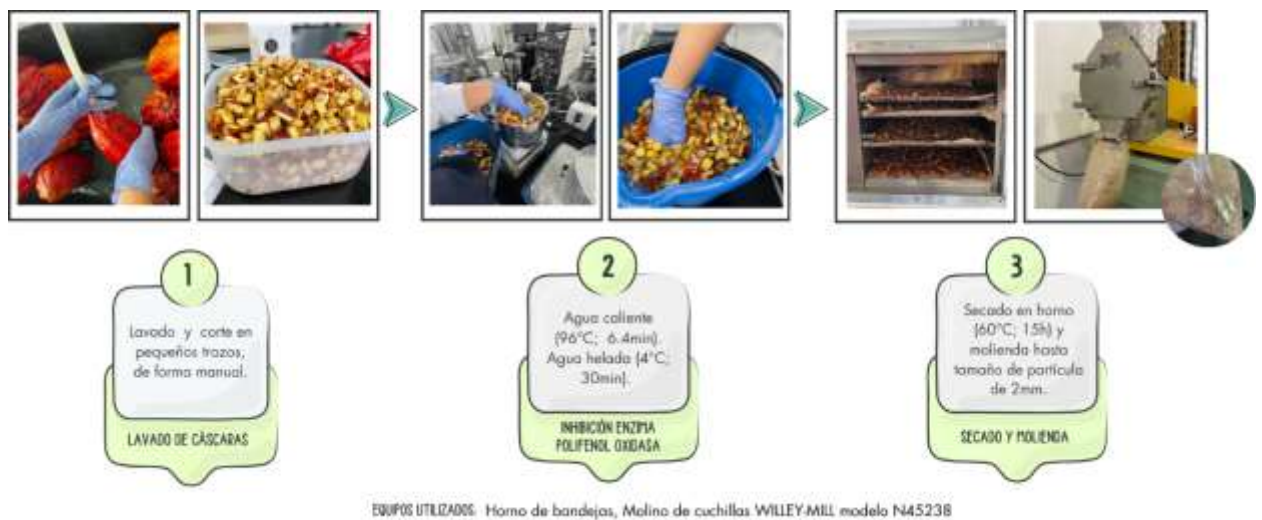
Nota. El esquema representa las fases de la metodología propuesta para el desarrollo del trabajo de investigación, el esquema ilustra las variables de entrada y salida en cada etapa. La fase 1 está basada en la metodología descrita por (Toro Uribe, 2018), (Perea and Ibañez, 2018) y la fase 2 según (Minekus et al., 2014)

3.1 Fase 1 Evaluación de la eficiencia y rendimiento de encapsulación mediante la modificación de condiciones operativas en el equipo de secado por aspersión

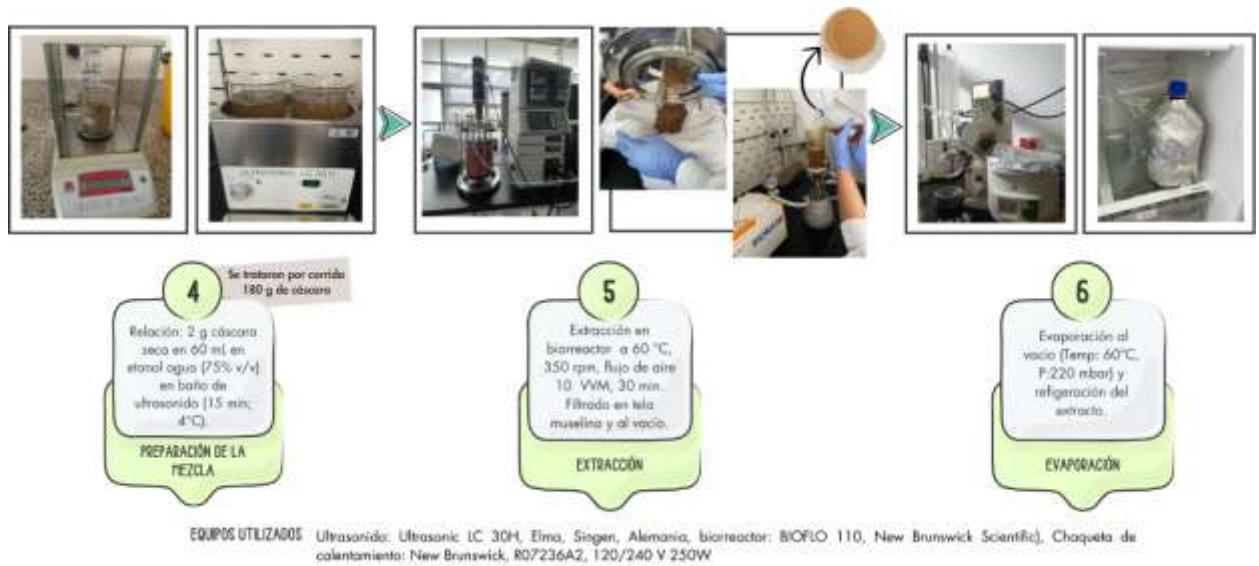
3.1.1 Extracción de polifenoles

Figura 2

Pretratamiento de la cascara de cacao



Nota. El esquema ilustra el pretratamiento de la cáscara de cacao, siguiendo la metodología descrita por (Toro Uribe, 2018) y (Perea and Ibañez, 2018) con algunas modificaciones.



Nota. El esquema ilustra la extracción de polifenoles de la cáscara de cacao, siguiendo la metodología descrita por (Toro Uribe, 2018)

3.1.2 Encapsulado de los extractos mediante secado por aspersión

Los extractos polifenólicos se encapsularon utilizando goma arábiga (GA) como material de recubrimiento y se siguió la metodología descrita por Grassia (2018) con algunas modificaciones, así:

Inicialmente, se tomaron 50 ml de extracto de polifenoles y de mezclaron con una proporción igual de agua destilada, bajo agitación constante en una plancha con agitación y calentamiento hasta llegar a una temperatura de 50°C. Seguidamente, se añadieron 3 gramos de goma arábiga en la solución acuosa (3% p/v), para la encapsulación la mezcla anterior fue sometida a agitación constante en una plancha con agitación durante 30 minutos, a 50°C. Posteriormente, para asegura la homogenización completa de encapsulante se empleó un agitador (ULTRATURRAX) a 8000 rpm durante 5 minutos.

Finalmente, la solución resultante fue sometida a secado por aspersion, de la siguiente manera; se empleó el equipo Mini Spray Dryer S-300 de la marca BUCHI SWITZERLAND, se utilizó un caudal volumétrico de aire de 28 y 30 m³/h, con una temperatura de aire de secado de 120 y 150 °C y un flujo de alimentación de 6 y 10 ml/min. Para probar cada una de las condiciones fue propuesto un diseño de experimentos factorial compuesto 2³, con punto central en 135°C, 29 m³/h y 8ml/min y punto estrella en 165°C, 32 m³/h y 12 ml/min.

Estos experimentos se realizaron por duplicado obteniendo así un total de 20 corridas experimentales como se muestra en la **Tabla 1**, con el fin de poder realizar un análisis estadístico, el cual se llevó a cabo mediante un análisis de varianza (ANOVA) en el programa Minitab 19, con el fin de determinar los efectos principales y de interacción de los factores involucrados en el diseño experimental, usando un nivel de significancia del 5%.

Tabla 1

Diseño experimental

Muestra	Temperatura de aire de secado [°C]	Flujo de alimentación [ml/min]	Caudal volumétrico [m ³ /h]
1	120	6	28
2	120	6	30
3	120	10	28
4	120	10	30
5	150	6	28
6	150	6	30
7	150	10	28
8	150	10	30
Punto central	135	8	29
Punto estrella	165	12	32

Nota. La tabla representa las combinaciones utilizadas para el diseño experimental

Las cápsulas resultantes, fueron almacenadas en refrigeración, protegidas de la luz para sus posteriores análisis.

3.1.3 Eficiencia de encapsulación, eficiencia de carga y rendimiento

Rendimiento de encapsulación (R)

El rendimiento del polvo bajo diferentes condiciones del proceso como las mencionadas en el inciso 3.1.2, se determinó de la siguiente manera:

$$R (\%) = \left(\frac{P_C}{(P_E + P_L)} \right) \times 100 \quad (\text{Ec.1})$$

Donde: P_C es el peso de las cápsulas, P_E es el peso del encapsulante y P_L corresponde al peso del extracto líquido añadido.

Eficiencia de encapsulación (EE)

Para determinar la eficiencia de encapsulación se cuantificó el contenido de polifenoles totales (CPT_f) y el contenido polifenólico superficial (CPS), siguiendo la metodología descrita por Pico-Hernández et al. (2020) y Grassia (2018) respectivamente y se usó la siguiente ecuación:

$$EE (\%) = \left(\frac{CPT_f - CSP}{CPT_f} \right) \times 100 \quad (\text{Ec.2})$$

Para la determinación del contenido total de polifenoles (CTP) dentro de la cápsula fue indispensable la rotura de estas, para lo cual se usó la metodología descrita por Nori et al. (2011); se inició adicionando 1 ml de citrato de sodio al 10 % p/v a 0,1 g de muestra. Esta mezcla se agitó en un mezclador vortex durante aproximadamente 2 minutos. Luego, se añadió 2,5 ml de etanol al 96% y la mezcla se agitó durante 2 minutos más. La mezcla se centrifugó a 4000 rpm durante 10 min a 4°C, el sobrenadante se filtró y posteriormente se determinó la concentración usando el metodo de Folin-Cicalteau, así;

La reacción se inició añadiendo 50 μ l de la muestra con 1,5 ml de reactivo de Folin-Ciocalteu diluido 10 veces es decir (10% v/v). Después de 5 min almacenado en la oscuridad, se añadió 1,5 ml de carbonato de sodio al 7,5% (p/v) y se agitó en vórtex durante 15 s, posterior a esto el medio de reacción se mantuvo almacenado en la oscuridad durante 1 h a 25 °C. La absorbancia se midió a 765 nm (Genesys 20; Thermo Scientific-Fisher, Waltham, MA, USA) frente a una muestra de agua destilada como blanco. Se preparó una curva de calibración de ácido gálico con 0,05-1,0 mg/ml ($r^2= 0,999$). Los resultados de la cantidad total de polifenoles se expresaron como mg de equivalentes de ácido gálico por gramo de extracto encapsulado (mgEAG/gEE).

Por otro lado, para la determinación de contenido polifenólico superficial de polifenoles (CSP), 0,1 g de microcápsulas fueron tratadas con 1 ml de mezcla de etanol y metanol en proporción (1:1), esta dispersión fue agitada en Vortex a temperatura ambiente durante 1 minuto y se filtró en filtro Millipore de 0,45 μ m, luego, se determinó la concentración de polifenoles en el sobrenadante usando el método de de Folin-Ciocalteu, descrito anterior mente.

Eficiencia de carga (EC)

La eficiencia de carga en función del contenido total de polifenoles que logró quedar retenido dentro del encapsulante se obtuvo mediante la siguiente ecuación:

$$EC (\%) = \frac{CTP_f * P_C}{V_E * CTP_i} \times 100 \quad (\text{Ec.3})$$

Donde; CTP_f corresponde al contenido total de polifenoles final dentro de las capsulas, CTP_i corresponde al contenido total de polifenoles en el extracto antes del encapsulamiento, P_C corresponde al peso de las microcápsulas y V_E corresponde al volumen del extracto añadido.

3.1.4 Perfil de compuestos polifenólicos

Para identificar las principales familias de los polifenoles, se preparó una curva de calibración utilizando patrones de catequina y epicatequina, ver **Apéndice D**. Se trabajó con concentraciones de 1,5 a 30 mg/L para catequina y de 10 a 60 mg/L para epicatequina, realizando 5 diluciones con agua tipo I a partir de una solución inicial. Los análisis se llevaron a cabo mediante HPLC/UV-vis y HPLC/MS. Se empleó el método descrito por Herrera y Quiroga (2019), en el cual se depositaron 0,02 g de extracto en un tubo de ensayo con 5 ml de una solución de ácido acético al 0,3% y metanol (85:15), los tubos se sometieron a ultrasonido durante 10 min y posteriormente se agitaron en vortex por 15 segundos. Luego, se depositó 1 ml de la dispersión en un vial color ámbar utilizando una jeringa, tras pasar por filtros PDVF de 0,45 μm . Seguidamente, se realizó el análisis por HPLC. Este procedimiento se llevó a cabo por duplicado para cada muestra.

Para el análisis por HPLC se utilizó el método diseñado para identificar, separar y cuantificar fracciones con diferentes grados de polimerización, incluyendo monómeros, dímeros y oligómeros presentes en el extracto. La separación cromatográfica se llevó a cabo en un sistema HPLC Thermo Scientific UltiMate 3000, equipado con un autoinyección y detector UV-VIS (Thermo Scientific VWD-3100). Se emplearon dos tipos de columnas: una columna analítica de fase inversa (Zorbax Eclipse XDB C18 150 mm x 2,1 mm x 5 μm) y una columna semipreparativa (Mediterranea Sea 150 mm x 4,6 mm x 5 μm). La columna se mantuvo a 40 °C utilizando un horno (Thermo Scientific TCC-3000 SD). Todos los compuestos se detectaron a una longitud de onda de 204 nm. El volumen de inyección fue de 20 μL para la columna analítica y de 200 μL para la columna semipreparativa. La fase móvil consistió en una mezcla de ácido fórmico al 0,1% (v/v) (Solvente A) y acetonitrilo (Solvente B). El caudal fue de 0,2 mL/min para la columna analítica y

de 2 mL/min para la columna semipreparativa. El gradiente se estableció de la siguiente manera: de 0 a 20 minutos, 6-10% de B; de 20 a 25 minutos, 10-13% de B; de 25 a 30 minutos, 13-15% de B; de 30 a 40 minutos, 15-10% de B; de 40 a 45 minutos, 10-6% de B, seguido de un reequilibrio de la columna durante 10 minutos antes de la siguiente inyección.

La identificación de monómeros, dímeros y oligómeros se realizó utilizando un LC/MS de trampa de iones (modelo 6320, Agilent Technologies, Waldbronn, Alemania), equipado con una fuente ESI y un analizador de masas de trampa de iones. Este equipo fue controlado por el software Trap Control de la serie 6300 (Bruker Daltonik GmbH, versión 6.2). El espectrómetro de masas operó en modo ESI negativo bajo las siguientes condiciones: espectros de masas registrados desde 90-2200 m/z, nebulizador a 40 psi, gas seco a 12 L/min y temperatura del gas seco a 350 °C. Finalmente, cada familia química se cuantificó utilizando epicatequina y catequina como estándar externo. Los resultados se expresaron como mg de equivalentes de epicatequina por gramo de muestra (mg EE/g) para las microcápsulas y como mg de equivalentes de epicatequina por mililitro de muestra (mg EE/mL) para el extracto (Pico-Hernández et al., 2020).

3.2 Fase 2 Evaluación de las condiciones de encapsulamiento para determinar la mejor condición operativa con la cual se obtiene la mayor bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de la cáscara de cacao

3.2.1 Digestión in vitro

Se evaluó la bioaccesibilidad de al menos cinco de las microcápsulas obtenidas con las condiciones que reportaron las mejores eficiencias de encapsulación en cuanto al contenido total de polifenoles.

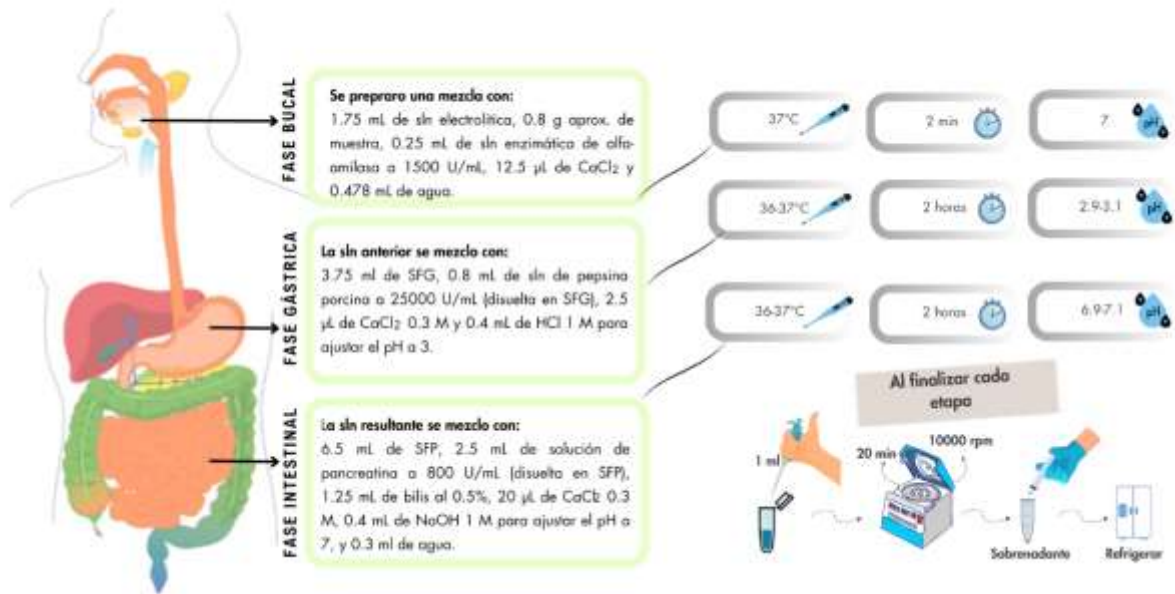
Los ensayos de digestión gastrointestinal *in vitro* se desarrollaron siguiendo el procedimiento descrito por Minekus et al. (2014) con algunas modificaciones propuestas por Murillo Méndez et al. (2021) . Se realizó la preparación de soluciones estándar con los reactivos y concentraciones que se observan en la **Tabla 2**. Para ajustar y mantener el pH de las soluciones como fluidos de las digestiones, se utilizó NaOH (1 M) y HCl (6 M) (Murillo Méndez et al., 2021).

Tabla 2

Composición de soluciones electrolíticas simuladas

Compuesto	Concentración en solución de fluido bucal (SSF), mM	Concentración en solución de fluido gástrico (SFG), mM	Concentración en solución de fluido pancreático (SFP), mM
	<i>pH 7</i>	<i>pH 3</i>	<i>pH 7</i>
KCl	15,1	6,9	6,8
KH ₂ PO ₄	3,7	0,9	0,8
NaHCO ₃	13,6	25	85
NaCl	-	47,2	38,4
MgCl ₂ (H ₂ O) ₆	0,15	0,1	0,33
(NH ₄) Cl	0,06	0,543	-

Nota. En la tabla se muestran las concentraciones necesarias para la preparación de las soluciones electrolíticas. Adaptado de Minekus et al. (2014).

Figura 3*Ensayo de digestión gastrointestinal in vitro*

Nota. El esquema representa las fases y composiciones del proceso digestivo basada en la metodología descrita por (Minekus et al., 2014)

3.2.2 Cuantificación de polifenoles totales y capacidad antioxidante

3.2.2.1 Concentración de polifenoles. El contenido de polifenoles totales finales se determinó después cada etapa digestiva usando el método Folin-Ciocalteu descrito anteriormente en el inciso 3.1.3 (Pico-Hernández et al., 2020)

3.2.2.2 Capacidad antioxidante (Técnica ORAC). La capacidad antioxidante después de cada fase se determinó mediante el ensayo de capacidad de absorción de radicales de oxígeno (ORAC), siguiendo la metodología propuesta por Pico-Hernández et al. (2020). En resumen, se llenaron microplacas de noventa y seis pozos con 150 µL de la solución de fluoresceína de trabajo diario ($8,16 \times 10^{-5} M$ en tampón fosfato 75 mM, pH 7,4) y 25 µL de extracto de polifenoles a

concentración conocida. Luego, se incubaron a 37 °C durante 10 min en un lector de microplacas (Synergy HT Multi-Detection, Biotek Instruments, Inc. Winooski, VT, EE. UU.). La reacción se inició mediante la adición de 25 µL de solución de AAPH (153 mM en tampón fosfato 75 mM, pH 7,4). Luego, el decaimiento de la fluorescencia fue monitoreado cinéticamente, cada minuto durante 1 h, utilizando longitudes de onda de emisión y excitación de 485 y 528 nm, respectivamente. Se preparó una curva de calibración con 3-25 µM Trolox y finalmente se calculó el valor ORAC usando la siguiente ecuación.

$$ORAC = \frac{ABC_{muestra} - ABC_{blanco}}{ABC_{trolox} - ABC_{blanco}} * k * \frac{\text{molaridad del trolox}}{\text{Peso de la muestra}} \quad (\text{Ec.4})$$

Donde k es el factor de dilución de la muestra y ABC es el área bajo de la curva de la muestra, el blanco y Trolox, respectivamente. El área bajo la curva de los datos normalizados se calculó utilizando GraphPad Prism v.6.0 (Pico-Hernández et al., 2020)

3.2.3 Bioaccesibilidad

Para el cálculo de bioaccesibilidad de polifenoles totales se utilizó la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Bioaccesibilidad} = \frac{CTP_f}{CTP_i} \times 100 \quad (\text{Ec.5})$$

Donde CTP_i corresponde a la cantidad total de polifenoles de la muestra antes de la digestión (mgEAG/gEE) y CTP_f pertenece a la cantidad total de polifenoles de la muestra al final de la digestión en (mgEAG/gEE).

4. Resultados y discusión

A continuación, se presentan los resultados y discusión de acuerdo con la metodología propuesta previamente. Es importante destacar que todas las pruebas se realizaron por duplicado.




4.1 Fase 1 Evaluación de la eficiencia y rendimiento de encapsulación mediante la modificación de condiciones operativas en el equipo de secado por aspersión.

Se evaluaron las diferentes variables de respuesta entre ellas rendimiento de encapsulación, contenido total de polifenoles, eficiencia de carga y eficiencia de encapsulación.

4.1.1 Encapsulado de los extractos mediante secado por aspersión.

Una vez obtenidas las cápsulas, a las condiciones presentadas en la **Tabla 1**, se hizo una evaluación de las características físicas observadas en los polvos secos (**ver Tabla 3**), con el objetivo de identificar diferencias visuales conforme las condiciones de encapsulamiento cambiaban.

Tabla 3*Características de las microcápsulas obtenidas*

Muestra	Características
<p data-bbox="272 468 730 499">Muestra 1: 120°C, 6 ml/min y 28 m³/h</p> 	<p data-bbox="824 468 1421 751">El equipo funcionó correctamente durante el proceso, no hubo empañamiento en la cámara. Como resultado, se logró obtener un polvo fino, completamente seco y de tonalidad beige. Este producto presenta una textura uniforme y una apariencia visualmente homogénea.</p>
<p data-bbox="272 877 730 909">Muestra 2: 120°C, 6 ml/min y 30 m³/h</p> 	<p data-bbox="824 919 1421 1108">El equipo funcionó correctamente durante la operación. La cámara no presentó ningún problema de empañamiento. Como resultado, se logró obtener un polvo fino, seco y de tonalidad beige.</p>
<p data-bbox="264 1402 738 1434">Muestra 3: 120°C, 10 ml/min y 28 m³/h</p> 	<p data-bbox="824 1381 1421 1717">Durante el proceso de secado en la cabina, se observó un tiempo de residencia prolongado del agua. Aunque el secado fue efectivo, sucede de manera más lenta, lo que ocasiona que la muestra permanezca húmeda y adquiera una tonalidad marrón. Además, se nota una mayor adherencia de la muestra a las paredes del recipiente.</p>

Muestra 4: 120°C, 10 ml/min y 30 m³/h

El polvo resultante presenta un tono beige oscuro. Además, se evidencia una notable adherencia del polvo tanto a las paredes del recipiente de muestra como a las superficies de la cámara de secado y del ciclón.

Muestra 5: 150°C, 6 ml/min y 28 m³/h

El equipo funcionó correctamente, destacando que la cámara no tuvo empañamiento. Además, se logró obtener un polvo fino de tonalidad beige.

Muestra 6: 150°C, 6 ml/min y 30 m³/h

El equipo funcionó correctamente durante la operación, sin que se presentara empañamiento en la cámara y el polvo obtenido es fino y de color beige.

Muestra 7: 150°C, 10 ml/min y 28 m³/h

La muestra presenta un tono marrón y una ligera humedad. Al retirarla del recipiente de muestra, se observa una adherencia leve a las paredes del frasco.

Muestra 8: 150°C, 10 ml/min y 30 m³/h

La muestra exhibe un tono beige y una ligera humedad. Al sacarla del recipiente de muestra, se notó una leve adherencia a las paredes del frasco, aunque en menor medida que la muestra anterior (número 7).

Punto central: 135°C, 8 ml/min y 29 m³/h

El equipo funcionó correctamente, sin que se presentara empañamiento en la cámara. Como resultado, se logró obtener un polvo fino de color beige.

Punto estrella: 165°C, 12 ml/min y 32 m³/h

La muestra exhibe un tono beige ligeramente más oscuro de lo habitual. Sin embargo, el polvo obtenido es fino y se desprende fácilmente del recipiente de muestra al ser extraído. Además, es importante destacar que el equipo no presentó empañamiento durante el proceso.

Los perfiles de temperatura de entrada, del gas de secado y del producto se presentan en el **Apéndice A**. Estas gráficas proporcionan una representación visual de las variaciones en el equipo a lo largo del proceso del secado para cada muestra.

De acuerdo con las características físicas observadas las condiciones de encapsulamiento más propicias serían las de altas temperaturas y bajos flujos de alimentación, con los que se logra una material homogéneo y libre de humedad. Las diferencias observadas en color, humedad y

adherencia subrayan la necesidad de ajustar y controlar las condiciones del proceso para garantizar una calidad uniforme del producto final. Sin embargo, se debe evaluar el rendimiento, eficiencia de carga y capacidad de liberar el activo en la fase intestinal (usando una aproximación *in vitro*), con el fin de tomar una decisión mejor informada.

4.1.2 Rendimiento de encapsulación, contenido total de polifenoles, eficiencia de carga y eficiencia de encapsulación

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de cada una de las muestras a las diferentes condiciones operativas de secado

Tabla 4

Variables de respuesta obtenidas de las microcápsulas durante el proceso de secado por aspersión

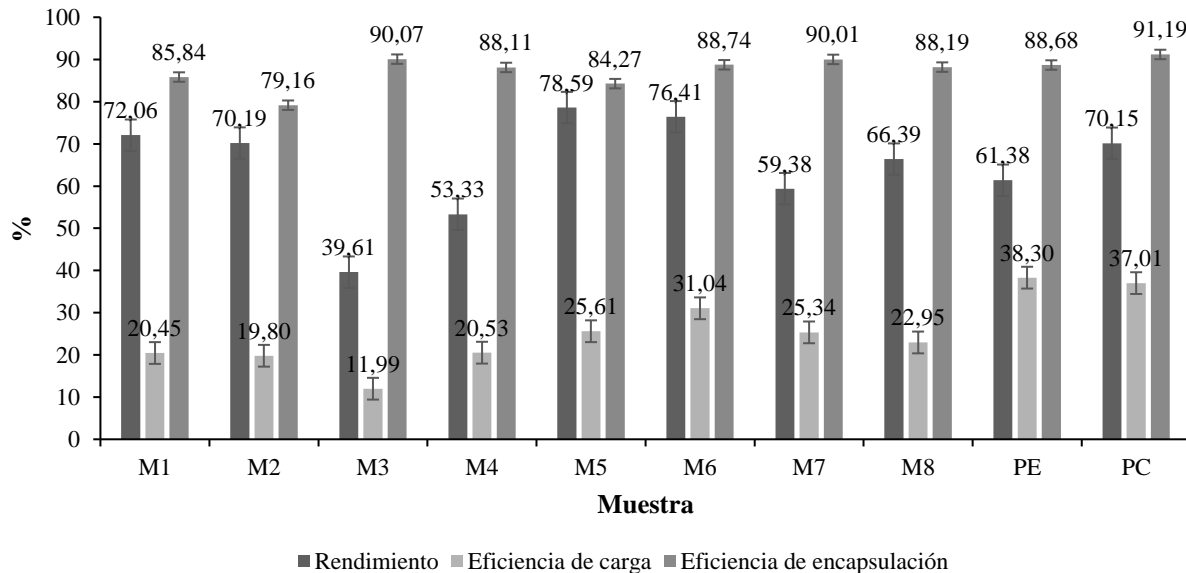
Muestra	CSP [mgEAG/gEE]	CTP _f [mgEAG/gEE]	R [%]*	EE [%]*	EC [%]*
1: 120°C, 6 ml/min y 28 m ³ /h	0,960±0,002	6,785±0,373	72,059±3,00	85,836±0,805	20,448±1,969
2: 120°C, 6 ml/min y 30 m ³ /h	1,407±0,104	6,752±0,030	70,190±2,40	79,162±1,455	19,799±0,591
3: 120°C, 10 ml/min y 28 m ³ /h	0,728±0,171	7,283±0,842	39,606±3,58	90,074±1,196	11,988±0,302
4: 120°C, 10 ml/min y 30 m ³ /h	1,096±0,049	9,215±0,019	53,328±2,06	88,110±0,551	20,527±0,748
5: 150°C, 6 ml/min y 28 m ³ /h	1,225±0,135	7,799±0,160	78,594±0,26	84,270±2,056	25,608±0,611
6: 150°C, 6 ml/min y 30 m ³ /h	1,088±0,007	9,698±0,782	76,414±5,21	88,740±0,984	31,041±4,604
7: 150°C, 10 ml/min y 28 m ³ /h	1,018±0,028	10,203±0,686	59,384±1,91	90,013±0,400	25,341±2,509

8: 150°C, 10 ml/min y 30 m³/h	0,978±0,097	8,275±0,301	66,389±0,66	88,189±0,745	22,948±0,605
Punto central: 135°C, 8 ml/min y 29 m³/h	1,111±0,068	12,623±0,322	70,147±0,99	91,186±0,765	37,006±1,465
Punto Estrella: 165°C, 12 ml/min y 32 m³/h	1,691±0,077	14,938±0,292	61,377±0,69	88,682±0,296	38,302±0,314

Nota: Las siglas corresponden a M1: Muestra1, M2: Muestra2, M3: Muestra3, M4: Muestra4, M5: Muestra 5, M6: Muestra 6, M7: Muestra 7, PE: Punto estrella, PC: Punto central.

Figura 4

Comportamiento de las variables analizadas



Con respecto a la cuantificación del contenido total de polifenoles (CTP_f), se realizó una curva de calibración de ácido gálico a 765 nm y los datos se reportan en el **Apéndice B**. Además

los datos de densidad óptica, volumen de dilución y peso de muestra que fueron usados para el cálculo de CTP_f y CSP se encuentran en el **Apéndice C**.

4.1.2.1 Rendimiento de encapsulación. Como se presenta en la **Figura 4** el rendimiento de encapsulamiento osciló entre un 39% y 78%. En general, se observó que esta variable aumentó con el incremento de la temperatura y disminución del flujo. Estos porcentajes y la influencia de estas variables presentan similitudes con los resultados obtenidos por Grassia (2018), quien evaluó temperaturas de 120 y 150°C y flujos de 6 y 9 mL/min en la encapsulación de polifenoles obtenidos de la cáscara de cacao (variedad Forastero de Costa de Marfil), obteniendo rendimientos de encapsulación que oscilaron entre 59-80%. Por otro lado Navarro-Flores et al. (2020), obtuvieron rendimientos entre 46 y 64% de la encapsulación de extractos polifenólicos de planta autóctona (*Crotalaria longirostrata* (chipilin)) usando diferentes tipos de encapsulante, entre ellos goma arábica y determinaron que la disminución del rendimiento se relaciona directamente con la adhesión de las microcápsulas a la cámara de secado y las pérdidas del producto debido a la pegajosidad del polvo.

Por su parte, los resultados obtenidos del análisis de varianza indican que no todas las variables tienen efecto significativo sobre la variable de respuesta, considerando un valor de significancia del 5% como se muestra en la siguiente tabla.

Tabla 5*Efectos estimados para rendimiento*

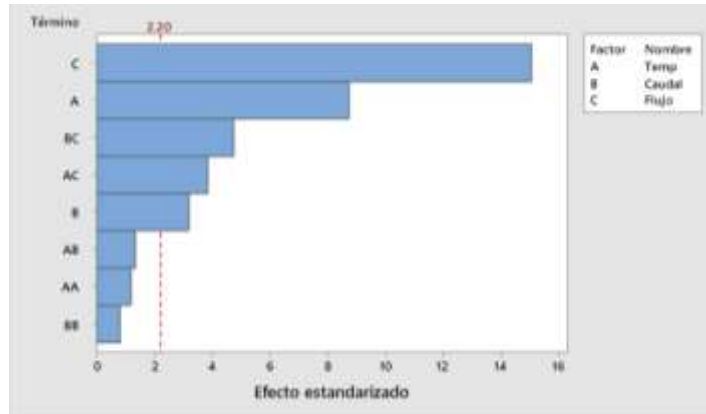
Factor	Valor F	Valor p
<i>Lineal</i>		
Temperatura de aire de secado	76.39	0.000
Caudal volumétrico de aire de secado	10.22	0.009
Flujo de alimentación	226.70	0.000
<i>Cuadrado</i>		
Temp	1.43	0.256
Caudal	0.66	0.433
<i>Interacción de 2 factores</i>		
Temp*Caudal	1.81	0.205
Temp*Flujo	14.81	0.003
Caudal*Flujo	22.56	0.001

Se encontró que los efectos lineales (temperatura de aire de secado, caudal volumétrico de aire de secado y flujo de alimentación) y dos de interacción (temperatura de aire de secado by flujo de alimentación y caudal volumétrico de aire de secado by flujo de alimentación) explican significativamente los cambios de la variable de respuesta.

Se puede observar que la variable que ejerce el mayor efecto significativo sobre el rendimiento es el flujo de alimentación, seguido de la temperatura de aire de secado según se muestra en el gráfico de Pareto presentado a continuación:

Figura 5

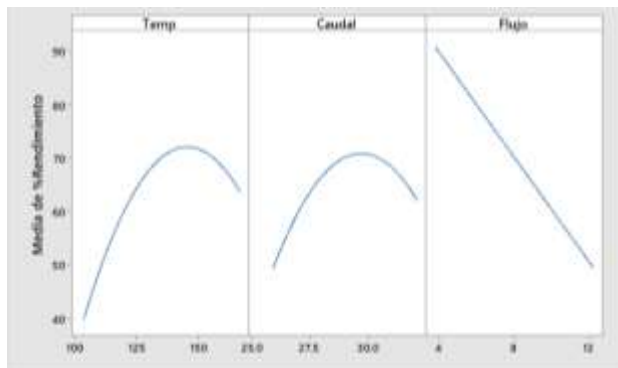
Diagrama de Pareto de efectos principales sobre la variable de respuesta rendimiento



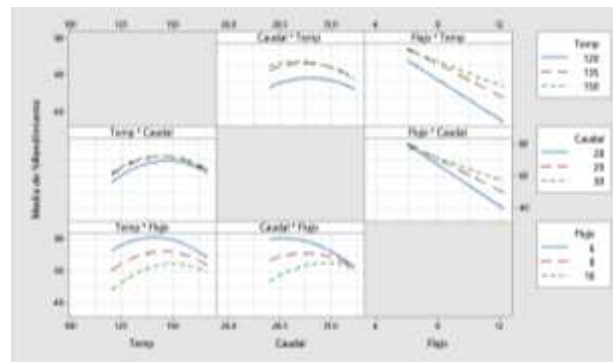
Además, de acuerdo con la gráfica de efectos principales **Figura 6**, se puede determinar que el rendimiento alcanza su máximo en la temperatura de 145°C; después de la cual hay un descenso marcado del mismo. En cuanto al caudal volumétrico de aire de secado, se observa que a valores superiores a 30 m³/h el rendimiento decrece. Por otro lado, el flujo de alimentación exhibe una relación inversamente proporcional a la variable de respuesta.

Figura 6

Gráfica de efectos principales para rendimiento

**Figura 7**

Gráfica de efectos de interacción para rendimiento



Ahora bien, al analizar los efectos de interacción entre variables **Figura 7**, se observa que el rendimiento presenta un valor más alto cuando la temperatura aumenta y el flujo disminuye. Respecto a la interacción entre temperatura y caudal, no se observa una diferencia significativa en la variable de respuesta al utilizar valores bajos o altos de caudal y temperatura. Por otro lado, en cuanto al efecto entre flujo y caudal se evidencia que el mayor rendimiento se alcanza siempre y cuando el flujo sea bajo, sin importar si el caudal es alto o bajo. Estos resultados presentan similitudes a las obtenidos por Fazaeli et al. (2012), quienes evaluaron los efectos de algunos parámetros de procesamiento, entre los cuales se encuentran temperatura de aire de entrada, caudal de aire comprimido, concentración de agente encapsulante, sobre el contenido de humedad, la actividad del agua, el rendimiento del secado, la densidad aparente, la solubilidad, la temperatura de transición vítrea (T_g) y la microestructura de polvos de jugo de morera negra (*Morus nigra*) secados por aspersión. Dicho estudio demuestra que un aumento en la temperatura del aire de secado tiene efecto positivo en el rendimiento del proceso, una temperatura más alta del aire de entrada provoca un aumento en el rendimiento y la solubilidad del proceso y una disminución en la densidad aparente.

De igual forma Sonone et al. (2017) evaluaron el efecto de los parámetros del secado por aspersión sobre las propiedades del polvo de jugo de lima ácida, concluyen que el aumento de la temperatura del aire de entrada hasta 150°C incrementa la recuperación del polvo. Sin embargo, un incremento superior a este valor reduce dicha recuperación, posiblemente debido a la fusión de los carbohidratos presentes, lo que aumenta la formación de depósitos en la pared interna de la cámara de secado cuando se usa maltodextrina como agente encapsulante. En el caso de la goma arábica, la disminución en la recuperación del polvo de jugo de lima ácida a mayores temperaturas se debe al pardeamiento no enzimático del polvo, debido a las elevadas temperaturas.

Ahora bien, en cuanto al flujo de alimentación, dicho estudio presenta similitudes a los resultados reportados anteriormente, los autores señalan que un aumento en el flujo de alimentación tiene un efecto negativo sobre el rendimiento del proceso; un mayor flujo de alimentación provoca una disminución de la transferencia de calor y masa, por lo tanto, un menor porcentaje de rendimiento. Además, indican que a valores elevados de flujo de alimentación se evidencia goteo en la cámara de secado, es decir que la muestra no se atomiza correctamente, lo que finalmente resulta en un menor rendimiento.

De los anteriores resultados se observa que lo mejores rendimientos se obtuvieron a una temperatura de aire de secado de 150 °C, flujo de alimentación de 6 mL/min y caudal volumétrico de aire de secado 28 y 30 m³/h, obteniéndose porcentajes de rendimiento de 78,594% ± 0,260 y 76,414± 5,21 respectivamente.

4.1.2.2 Contenido total de polifenoles. El análisis de las muestras reveló que el contenido total de polifenoles en las microcápsulas osciló entre 6,752±0,030 y 14,938±0,292 mgEAG/g como se muestra en la **Tabla 4**. Resultados similares de CTP_f en extractos fitoquímicos de cáscaras de grano de cacao obtenidos mediante secado por aspersion fueron reportados por Jokić et al. (2020), donde las muestras alcanzaron hasta un valor de 16,14 ±0,35 mgEAG/g a una temperatura de entrada de 120°C. De igual forma Nguyen et al. (2024), reportaron contenidos totales de polifenoles en microcápsulas de cáscara de mazorca de cacao en rangos de 12,64 ± 0,57 y 14,54 ± 0,99 mg GAE/gEE con mezclas de agentes encapsulantes, maltrodextrina, goma arábica y quitosano. Dichos autores indican que la microencapsulación se ve afectada significativamente por los materiales de pared. Así mismo el contenido total de polifenoles puede variar por factores ambientales, la especie, la madurez, el clima, el procesamiento y el método de extracción de los polifenoles, según lo explican otros autores (Quiceno-Suarez et al., 2024).

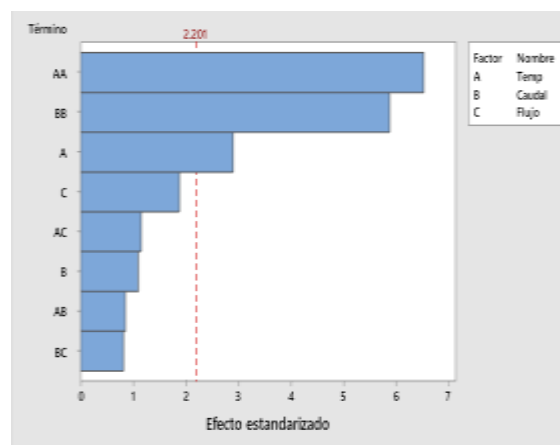
Los resultados arrojados del análisis de varianza **Tabla 6**, señalan que existen tres efectos significativos sobre la variable de respuesta, entre ellos dos cuadráticos y uno lineal, siendo el efecto cuadrático de la temperatura de aire de secado el que mayor efecto ejerce, seguido del caudal volumétrico de aire y por último se encuentra el efecto lineal de la temperatura; además como se muestra en el gráfico de Pareto **Figura 8**, no se evidencian efectos de interacción entre los factores sobre el contenido total de polifenoles.

Tabla 6*Efectos estimados para CTP*

Factor	Valor F	Valor p
<i>Lineal</i>		
Temperatura de aire de secado	9.14	0.012
Caudal volumétrico de aire de secado	0.90	0.362
Flujo de alimentación	4.02	0.070
<i>Cuadrado</i>		
Temp	42.05	0.000
Caudal	34.53	0.000
<i>Interacción de 2 factores</i>		
Temp*Caudal	0.96	0.348
Temp*Flujo	1.02	0.335
Caudal*Flujo	0.90	0.364

Figura 8

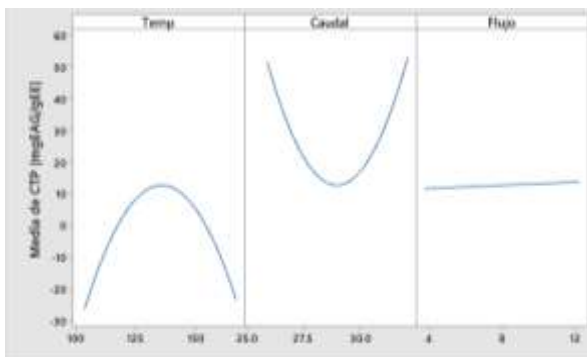
Diagrama de Pareto de efectos principales para CTP



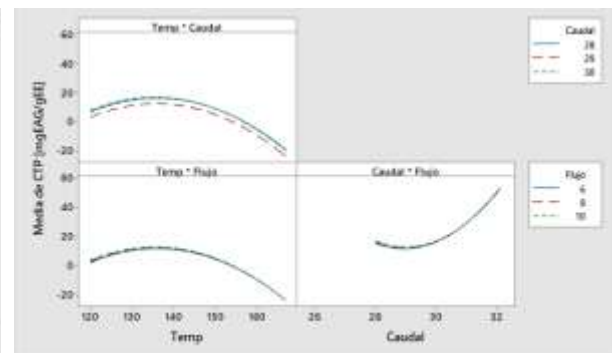
En cuanto a la influencia de los efectos principales **Figura 9**, se observa que a medida que aumenta la temperatura, el contenido total de polifenoles también aumenta, hasta llegar a un punto óptimo; sin embargo, después de este punto óptimo (135°C), un aumento adicional en la temperatura provoca una disminución en el contenido total de polifenoles. Esto podría deberse a la degradación de los compuestos polifenólicos a temperaturas más altas (Zapata et al., 2015), por otro lado, se evidencia que el flujo de alimentación tanto en su valor bajo como alto no influye de manera significativa en la variable de respuesta, además se observa que el valor mínimo de contenido total de polifenoles se alcanza a un caudal volumétrico de 29 m³/h.

Figura 9

Gráfica de efectos de interacción para CTP

**Figura 10**

Gráfica de efectos principales para CTP



Por otro lado, con relación a la interacción entre factores, se observa que el contenido total de polifenoles no se ve afectado de manera significativa, independientemente de si el flujo y el caudal están en valores bajos o altos. Esto también se aplica a los demás factores, lo que sugiere que no hay diferencias significativas en la variable de respuesta con respecto a la interacción entre factores, **Figura 10**. Estas tendencias son similares a las obtenidas por Gacina et al. (2022) quienes evaluaron los parámetros de encapsulación durante el proceso de secado por aspersion del extracto de polifenoles de flor de endrino, utilizando como material de pared maltodextrina, así como sus mezclas con goma arábica e inulina. Durante el estudio, se observó una tendencia creciente en el contenido polifenólico total conforme se incrementaba la temperatura de aire de secado. Por otro lado, este hallazgo contrasta con investigaciones anteriores, como las realizadas por Gil et al. (2014) y Gawalek et al. (2017). En estos estudios, se llevó a cabo microencapsulación de extracto de polifenoles de plátano maracuyá y jugo de chokeberry, respectivamente, y se observó que el aumento en la temperatura de aire de secado resultó en una mayor pérdida de polifenoles totales. Estos estudios indican que la mayor pérdida de este tipo de compuestos se debe a su alta sensibilidad a las condiciones de temperatura durante el proceso de secado. No obstante, en este trabajo el análisis de la varianza reveló que los cambios estadísticamente significativos solo se observaron en los valores extremos de temperatura dentro del rango estudiado.

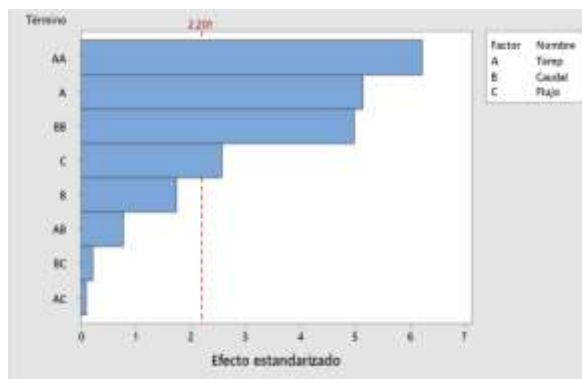
Estas variaciones en los cambios de temperatura de aire de secado pueden explicarse por el fenómeno de que, a temperaturas muy bajas del aire de secado, una mayor cantidad de producto queda adherida a las paredes de la cámara de secado, esto conlleva a un mayor tiempo de exposición del polvo al aire caliente, lo que a su vez disminuye el contenido total de polifenoles.

De igual forma, al usar temperaturas más elevadas, también se produce la degradación térmica de los polifenoles durante el proceso de secado (Diaz et al., 2017), razón por la cual se da importancia a encontrar una temperatura óptima de secado.

4.1.2.3 Eficiencia de carga. Los porcentajes de eficiencia de carga como se muestran en la **Figura 4** variaron entre 11% y 38%, mostrando una relación directa con el contenido total de polifenoles (CTP_f). La mayor eficiencia de carga, $38,302 \% \pm 0,314$, se obtuvo con un CTP_f de $14,938 \pm 0,292$ mgEAG/gEE a condiciones de temperatura de aire de secado de 165°C , flujo de alimentación 12 mL/min y caudal volumétrico de aire de secado de $32 \text{ m}^3/\text{h}$ mientras que la menor eficiencia de carga, $11,988 \% \pm 0,302$, se registró con el menor contenido total de polifenoles, $7,283 \pm 0,842$ mgEAG/gEE, bajo las siguientes condiciones, temperatura de aire de secado de 120°C , flujo de alimentación 10 mL/min y caudal volumétrico de aire de secado de $28 \text{ m}^3/\text{h}$. Estos resultados presentan similitud con los reportados por Nguyen et al. (2021), quienes encapsularon extractos polifenólicos de cáscara de mazorca de cacao mediante liofilización y obtuvieron valores de eficiencia de carga entre 31,03-53,45% para contenidos de polifenoles de (9,00 a 15,51 mgGAE/g de muestra seca). Las diferencias en los porcentajes de eficiencia de carga se explican al uso de maltodextrina como agente encapsulante, utilizando maltodextrina el CTP fue de 15,51 mg GAE/g de muestra seca con una eficiencia de microencapsulación del 53,45%, mientras que, utilizando goma arábiga en combinación con maltodextrina, el CTP fue de 15,19 mg GAE/g de muestra seca con una eficiencia de encapsulación del 52,35%. La alta retención de CTP en dichas muestras se atribuyó principalmente a la proporción de maltodextrina en la mezcla del material de recubrimiento, según explican los autores.

Tabla 7*Efectos estimados para eficiencia de carga*

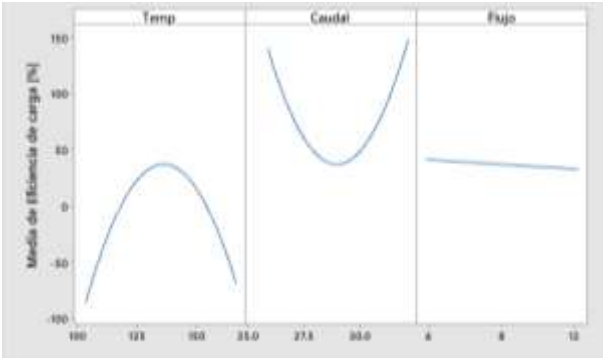
Factor	Valor F	Valor p
<i>Lineal</i>		
Temperatura de aire de secado	26.41	0.000
Caudal volumétrico de aire de secado	3.05	0.109
Flujo de alimentación	6.60	0.026
<i>Cuadrado</i>		
Temp	38.62	0.000
Caudal	24.82	0.000
<i>Interacción de 2 factores</i>		
Temp*Caudal	0.60	0.454
Temp*Flujo	0.01	0.922
Caudal*Flujo	0.05	0.831

Figura 11*Diagrama de pareto de efectos principales para eficiencia de carga*

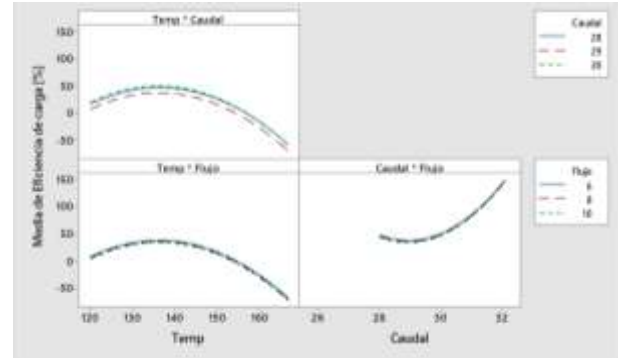
Por otro lado, los resultados obtenidos en la **Tabla 7**, indican que existen cuatro efectos significativos sobre la variable de respuesta. Estos efectos incluyen dos efectos cuadráticos: la temperatura del aire de secado y el caudal volumétrico de aire de secado, así como dos efectos lineales: la temperatura del aire de secado y el flujo de alimentación de muestra. Además, en el gráfico de Pareto **Figura 11**, se evidencia que la temperatura del aire de secado es el factor que ejerce el mayor efecto. Cabe resaltar que no se observaron efectos de interacción sobre la variable de respuesta. Los efectos principales sobre la variable de respuesta se comportan de manera similar a los observados en el contenido total de polifenoles, como se muestra en las **Figuras 12 y 13** respectivamente.

Figura 12

Gráfica de efectos principales para eficiencia de carga

**Figura 13**

Gráfica de efectos de interacción para eficiencia de carga



4.1.2.4 Eficiencia de encapsulación. La eficiencia del secado por aspersión de las microcápsulas osciló entre 79% y 90% como se muestra en la **Figura 4**, lo cual concuerda con la literatura actual sobre secado por aspersión. En el estudio realizado por Seclin et al. (2017) se llevó a cabo el encapsulamiento de extracto de té verde usando lactosa como matriz protectora, reportándose una eficiencia de encapsulación entre 70% y 95%. Resultados similares de eficiencia de encapsulación en microcápsulas obtenidas por secado por aspersión fueron reportados por Bao et al. (2023), quienes investigaron el uso de mucílago de mostaza amarilla soluble en agua como material de pared en microencapsulación de aceites esenciales (timol y carvacrol) y polifenoles. Los compuestos fueron encapsulados en una combinación de mucílago de mostaza amarilla soluble en agua, maltodextrina y goma arábiga, obteniendo valores de eficiencia de encapsulación que oscilaron entre 74,24% y 90,11%.

Por otro lado, Navarro-Flores et al. (2020), determinaron que el uso de un solo agente encapsulante no garantiza una máxima eficiencia de encapsulación. En cambio, la combinación de

diferentes materiales mejora significativamente dicho parámetro. Estos autores reportan porcentajes de eficiencia entre el 65% al 92% lo cual concuerda con los valores reportados en la **Tabla 4**, donde la eficiencia oscila entre el 79% al 90%.

De acuerdo con los datos presentados en la **Tabla 8** y **Figura 14**, se puede observar un efecto lineal relacionado con el flujo de alimentación de la muestra. Este efecto tiene la mayor influencia sobre la variable de respuesta.

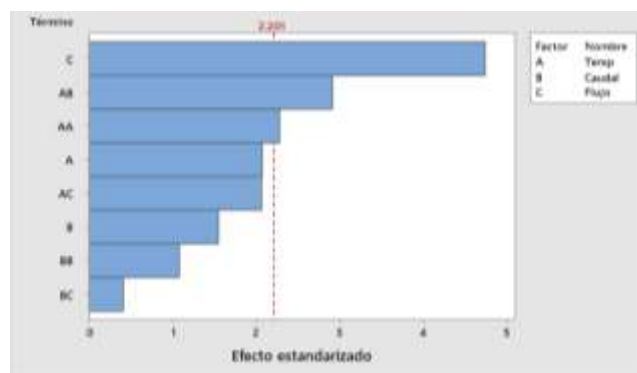
Tabla 8

Efectos estimados para eficiencia de encapsulación

Factor	Valor F	Valor p
<i>Lineal</i>		
Temperatura de aire de secado	4.28	0.063
Caudal volumétrico de aire de secado	2.39	0.150
Flujo de alimentación	22.45	0.001
<i>Cuadrado</i>		
Temp	5.19	0.044
Caudal	1.16	0.304
<i>Interacción de 2 factores</i>		
Temp*Caudal	8.47	0.014
Temp*Flujo	4.24	0.064
Caudal*Flujo	0.17	0.692

Figura 14

Diagrama de Pareto de efectos principales para eficiencia de encapsulación



Además, se identifica una interacción entre la temperatura del aire de secado y el caudal volumétrico de aire de secado, así como un efecto cuadrático de la temperatura del aire de secado. En cuanto a los efectos principales **Figura 15**, se puede apreciar que a medida que el flujo aumenta, la eficiencia de encapsulación muestra un comportamiento similar, ahora bien, en cuanto a los

efectos de interacción que se evidencian en la **Figura 16** se puede inferir que siempre y cuando se trabajen temperaturas y caudales altos la eficiencia de encapsulación exhibirá mayores valores.

Figura 15

Gráfica de efectos principales para eficiencia de encapsulación

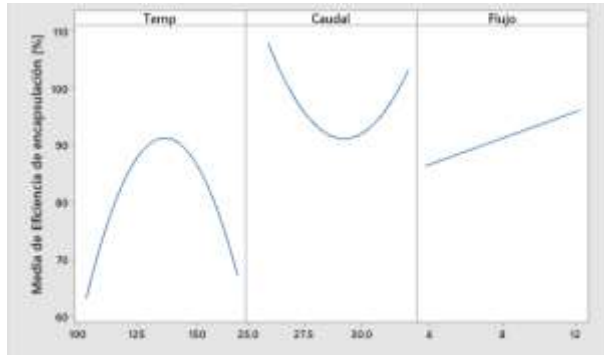
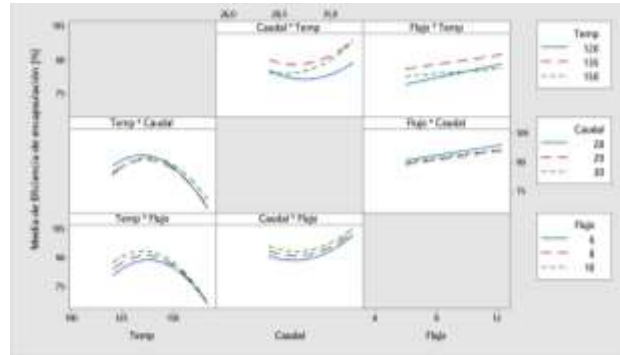


Figura 16

Gráfica de efectos de interacción para eficiencia de encapsulación



Estos resultados presentan similitudes con los resultados reportados por Vázquez-Núñez et al. (2023), cuyo estudio se enfocó en identificar las condiciones óptimas para encapsular procianidinas extraídas de cáscaras de lichi y pulpa de café, así como en optimizar el proceso de secado por aspersión para alcanzar la máxima eficiencia de encapsulación. Se observó que, entre todos los factores considerados en el proceso de secado por aspersión, el flujo de alimentación tuvo el impacto más significativo para obtener una mayor eficiencia de encapsulación. En otro estudio, (Huang et al., 2014), se evaluó la influencia de las condiciones de procesamiento en la microencapsulación del aceite de tilapia mediante secado por aspersión. Este estudio contrasta con los resultados obtenidos previamente, porque encontró que la temperatura del aire de secado fue el factor que más influyó en la eficiencia de encapsulación, mientras que el caudal de aire de secado tuvo un efecto negativo sobre esta eficiencia. Es decir, a mayor caudal de aire de secado, menor fue la eficiencia de encapsulación observada.

A continuación, se muestran las heurísticas encontradas a partir del análisis estadístico realizado para cada una de las variables de respuesta analizadas.

Tabla 9

Heurísticas para las variables de respuesta

Variable de respuesta	Factores que afectan la variable de respuesta
<p>Rendimiento de Encapsulación</p>	<p>Temperatura: Mayor temperatura → Variable de respuesta aumenta.</p> <p>Flujo de alimentación: Mayor flujo de alimentación → Variable de respuesta disminuye (inversamente proporcional).</p> <p>Interacción Temperatura y Caudal: Sin diferencia significativa en la variable de respuesta con valores bajos o altos.</p> <p>Interacción Flujo y Caudal: Mayor rendimiento con flujo bajo, independientemente del caudal.</p>
	<p>Temperatura: Aumenta la temperatura → Aumenta el contenido de polifenoles.</p> <p>Después de un punto óptimo → Un aumento en temperatura → Disminuye el contenido de polifenoles.</p> <p>Un aumento excesivo de este parámetro puede degradar los compuestos bioactivos</p> <p>Flujo de Alimentación: Tanto en valores bajos como altos → No influye significativamente en el contenido de polifenoles.</p> <p>Interacción entre factores: Independientemente de sus valores (bajos o altos) → No afectan significativamente el contenido de polifenoles.</p>
<p>Contenido total de polifenoles y eficiencia de carga</p>	<p>Flujo: Aumenta el flujo → Aumenta la eficiencia de encapsulación.</p> <p>Interacción Temperatura y Caudal: Temperaturas y caudales altos → Mayor eficiencia de encapsulación.</p>

4.1.3 Perfil de compuestos polifenólicos presentes en el extracto y microcápsulas

Se evaluó el perfil de compuestos polifenólicos del extracto de polifenoles y de las cápsulas obtenidas a las condiciones que permitieron un mayor contenido total de polifenoles y eficiencia de carga, dichos resultados se muestran en la **Tabla 10**.

Tabla 10

Perfil de compuestos polifenólicos del extracto polifenólico y microcápsulas

Tipo de muestra	Concentración Catequina	Concentración Epicatequina
Extracto líquido volumen 1,45 mL	No reporta	0,018±0,0007 [mg/mLEE]
Microcápsula peso 0,02 g		0,205±0,000 [mg/gEE]

Según los resultados obtenidos en la **Tabla 10**, se puede evidenciar que el perfil predominante de compuestos bioactivos tanto del extracto como de las microcápsulas está conformado principalmente por epicatequina. Esto concuerda con Llerena et al. (2023), quienes, al evaluar los diferentes compuestos bioactivos de residuos de cacao, entre ellos el de la especie CCN-51, determinaron que los compuestos polifenólicos típicos y abundantes en el cacao y sus residuos son los flavan-3-oles como la catequina, epicatequina y las procianidinas.

En un estudio realizado por Avogadro et al. (2017), donde se encapsuló extracto de cáscara de cacao utilizando una mezcla de goma arábiga, maltodextrina y dextrosa como agente encapsulante, los resultados confirmaron que el perfil polifenólico de la cáscara de cacao está compuesto principalmente por concentraciones de epicatequina (0,25 mg/g de extracto seco) y catequina (1,05 mg/g de extracto seco). Estos resultados presentan cierta similitud con los obtenidos en el presente estudio. Sin embargo, las diferencias en los datos reportados pueden deberse a la especie, clima y zona geográfica de cultivo del cacao.

4.2 Fase 2 Evaluación de las condiciones de encapsulamiento para determinar la mejor condición operativa con la cual se obtiene la mayor bioaccesibilidad de polifenoles extraídos de la cáscara de cacao

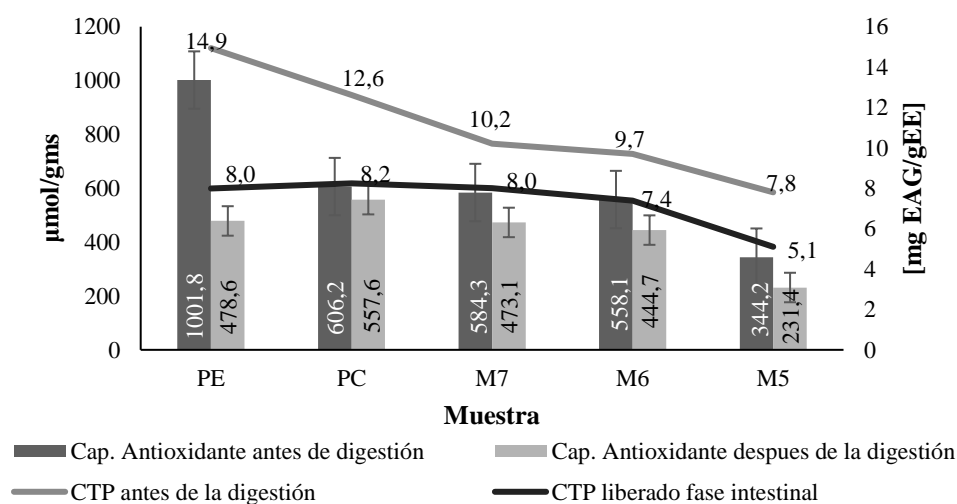
Se evaluó la bioaccesibilidad y la actividad antioxidante de las microcápsulas obtenidas con las condiciones que reportaron mayores eficiencias de carga.

4.2.1 Capacidad antioxidante

En la **Figura 17** se muestra la disminución del contenido total de polifenoles y actividad antioxidante de cada una de las condiciones usadas para el encapsulamiento antes y después de ser digestadas, se reportan los resultados de CTP y capacidad antioxidante de la fase intestinal. el comportamiento de dichas muestras durante la prueba se muestra en el **Apéndice E**.

Figura 17

Capacidad antioxidante y contenido total de polifenoles de microcápsulas antes y después de ser digestadas



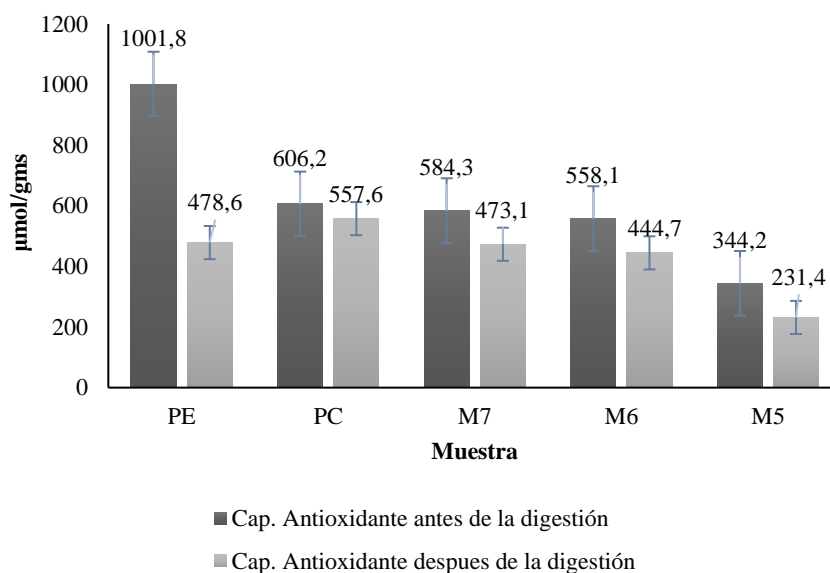
Nota. Las siglas PE, PC, M7, M6 y M5 corresponden a PE: Punto estrella, PC: Punto central, M7: Muestra 7, M6: Muestra 6, M5: Muestra 5.

Se evaluó la capacidad antioxidante en la fase intestinal debido a que en esta fase se lleva a cabo la descomposición y absorción de nutrientes. Las enzimas digestivas y las condiciones del pH facilitan la liberación y modificación de los compuestos activos. Tras la ingesta, estos compuestos se metabolizan en el intestino, lo que les permite ejercer su actividad biológica (Chen et al., 2018).

Las actividades antioxidantes evaluadas disminuyeron significativamente después del proceso digestivo en comparación con los valores de los extractos encapsulados no digeridos, como se muestra en la siguiente figura.

Figura 18

Capacidad antioxidante de muestras antes y después de la digestión en la fase intestinal



Nota. Las siglas PE, PC, M7, M6 y M5 corresponden a PE: Punto estrella, PC: Punto central, M7: Muestra 7, M6: Muestra 6, M5: Muestra 5.

Los resultados sugieren que la cantidad total de polifenoles contribuyen significativamente con la actividad antioxidante, ya que están directamente relacionados.

Antes de ser digeridas, según los resultados obtenidos en la **Figura 17**, se puede evidenciar que las condiciones del punto estrella arrojan la mayor actividad antioxidante ($1001,814 \pm 34,696$ $\mu\text{mol/gEE}$), debido a su alto contenido polifenólico ($14,938 \pm 0,292$ mgEAG/gEE), seguido del punto central con una capacidad antioxidante de ($606,237 \pm 36,495$ $\mu\text{mol/gEE}$) y un CTP_f ($12,623 \pm 0,322$ mgEAG/gEE), por ende la capacidad antioxidante obtenida de las microcápsulas seleccionadas, indica que a mayor contenido total de polifenoles mayor es la capacidad antioxidante, lo cual concuerda con lo reportado por Aguilar-Méndez et al. (2020), quienes evaluaron el contenido de polifenoles totales del grano de cacao y el muicle usando el reactivo Folin-Ciocalteu y la actividad antioxidante empleando los ensayos DPPH (2,2-difenil-2-picrilhidrazilo) y FRAP (reducción férrica / poder antioxidante), dando como resultado que el contenido total de polifenoles y la capacidad antioxidante están directamente relacionados, dicho estudio sugiere que estos resultados pueden atribuirse a las diferentes conformaciones adoptadas por los compuestos polifenólicos y flavonoides presentes en cada extracto. De igual forma Murcia Artunduaga y Castañeda (2022), evaluaron el contenido de polifenoles totales y capacidad antioxidante de extractos etanólicos de la cáscara de cacao (*Theobroma cacao* L.), mediante el método DPPH (2,2-difenil-2-picrilhidrazilo), el estudio mencionado constata que a mayor presencia de polifenoles totales en las muestras habrá mayor actividad antioxidante.

Después de la digestión, se observa en la fase intestinal que tanto el contenido total de polifenoles como la capacidad antioxidante disminuyeron en cada una de las muestras, como se evidencia en la **Figura 17**. En cuanto al CTP (contenido total de polifenoles) y la capacidad antioxidante, los valores para el punto estrella fueron de $7,991 \pm 0,603$ y $478,648 \pm 27,294$, respectivamente, mientras que para el punto central fueron de $8,243 \pm 0,013$ y $557,650 \pm 20,456$.

Sin embargo, siguen la misma tendencia: a mayor contenido total de polifenoles, mayor capacidad antioxidante.

La disminución observada en los parámetros evaluados se debe a las condiciones del proceso digestivo, así como a la naturaleza de los compuestos polifenólicos degradados después de la digestión gastrointestinal, de hecho la capacidad antioxidante está altamente controlada por el número y la naturaleza del patrón de hidroxilación en el anillo aromático de los compuestos fenólicos: cuantos más grupos hidroxilo hay en el anillo aromático, mayor es la actividad antirradical, por lo tanto, cada compuesto polifenólico exhibe un mayor o menor capacidad antioxidante dependiendo de las propiedades redox de sus grupos hidroxilo y su potencial para ceder electrón y estabilizarse después de dicha sesión (Cantele et al., 2020). Además, Laib et al. (2021), sugieren que la disminución de polifenoles totales y flavonoides durante la digestión *in vitro* puede deberse a la sensibilidad de estos compuestos bioactivos en las condiciones del entorno del tracto digestivo (pH elevado, oxígeno disuelto residual y especies reactivas al oxígeno).

4.2.2 Bioaccesibilidad

Se evaluó la bioaccesibilidad mediante ensayos de digestión gastrointestinal *in vitro*, tal como se describe en el inciso **3.2.1**. Los porcentajes de bioaccesibilidad de la fase bucal, gástrica e intestinal se muestran a continuación, además los datos de densidad óptica y volumen de dilución de cada fase se registran en el **Apéndice F, Tabla 21**.

Tabla 11

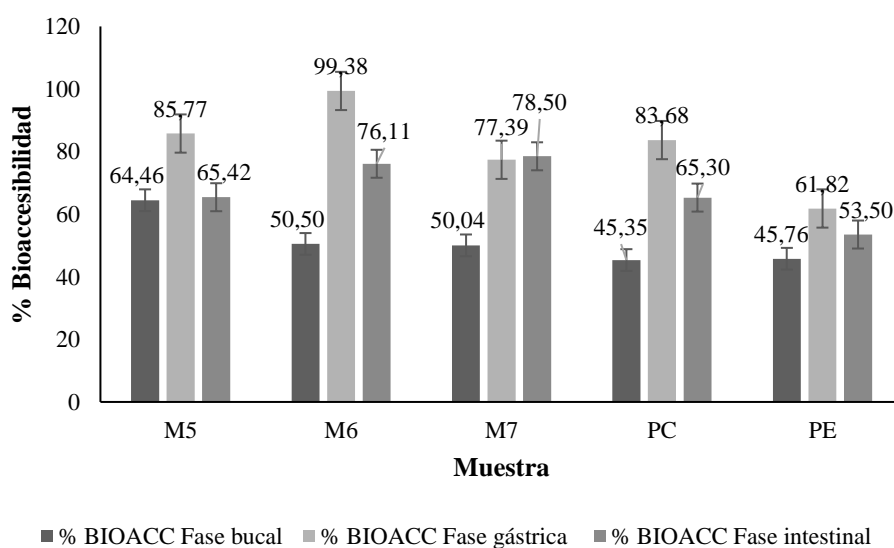
Contenido total de polifenoles liberados y porcentaje de bioaccesibilidad en cada una de las fases simuladas

Muestra	Fase bucal		Fase gástrica		Fase intestinal	
	CTP _f Liberados [mgEAG/gEE]	% Bioaccesibilidad	CTP _f Liberados [mgEAG/gEE]	% Bioaccesibilidad	CTP _f Liberados [mgEAG/gEE]	% Bioaccesibilidad
Punto estrella	6,836±0,182	45,761±1,221	9,235±1,054	61,822±7,057	7,991±0,603	53,498±4,037
Punto central	5,724±0,073	45,347±0,582	10,563±0,029	83,682±0,230	8,243±0,013	65,300±0,105
Muestra 7	5,105±0,037	50,039±0,366	7,896±0,029	77,388±2,847	8,009±0,100	78,503±0,978
Muestra 6	4,897±0,050	50,496±0,515	9,638±0,125	99,380±1,292	7,381±0,232	76,112±2,392
Muestra 5	5,027±0,176	64,462±2,260	6,689±0,004	85,771±0,056	5,102±0,135	65,420±1,736

Los resultados de la **Tabla 11** de la digestión gastrointestinal *in vitro*, indican que la mayor liberación de polifenoles, así como el porcentaje de bioaccesibilidad se presentó en la fase gástrica, seguidos de la fase intestinal, cómo se observa en la siguiente figura.

Figura 19

Porcentaje de bioaccesibilidad en el sistema gastrointestinal



Nota. Las siglas PE, PC, M7, M6 y M5 corresponden a PE: Punto estrella, PC: Punto central, M7: Muestra 7, M6: Muestra 6, M5: Muestra 5.

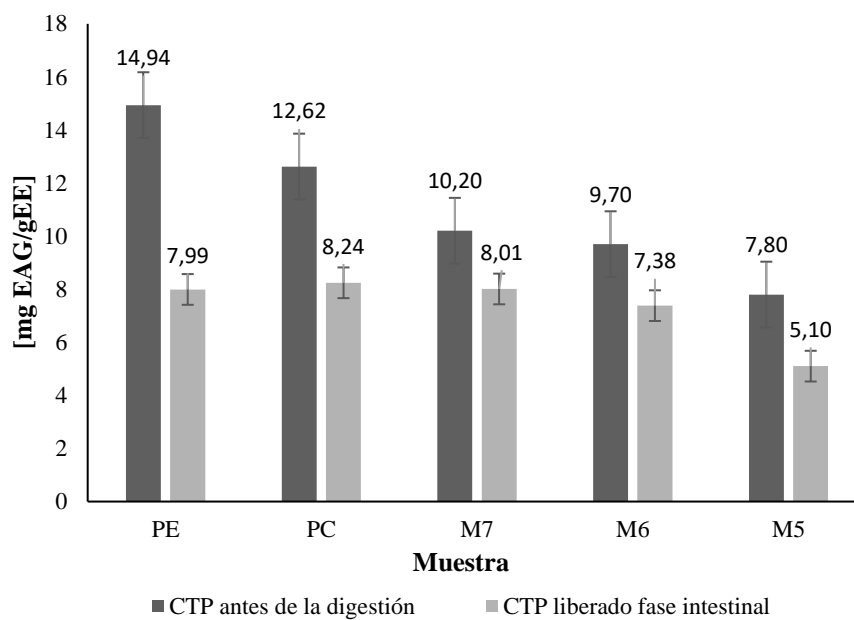
Se encontró que la mayor bioaccesibilidad durante la fase gástrica se obtuvo en muestras a una temperatura de entrada de 150°C, con un flujo de alimentación de 6 ml/min y un caudal de aire de secado de 20 y 30 m³/h. Se observó un cambio en la bioaccesibilidad a medida que variaban las condiciones del proceso, ya que la bioaccesibilidad está directamente relacionada con el contenido total de polifenoles antes y después de la digestión, lo cual a su vez se ve afectado por diversos factores, como se detalla en el inciso **4.1.2.2**.

Se observa una disminución en el contenido total de polifenoles liberados después de la fase gástrica **Figura 20**, debido a una posible inestabilidad de los polifenoles ante la exposición a pH alto en la fase intestinal, dicho comportamiento concuerda con lo evaluado por Jiao et al. (2018), quienes determinaron que en la fase gástrica los compuestos polifenólicos en muestras de arándanos *vaccinium spp* eran relativamente estables en un ambiente gástrico en comparación al ambiente intestinal debido a las condiciones propias de dicho ambiente, los valores del porcentaje bioaccesibilidad en la fase gástrica e intestinal también coinciden con los resultados obtenidos por Hoskin et al. (2023), en su estudio sobre la microencapsulación de polifenoles extraídos del orujo de grosella negra y del cacao en polvo. En dicho estudio se reportaron valores de bioaccesibilidad superiores al 40% durante la fase intestinal, además estudios realizados por Rojo-Poveda et al. (2020), sugieren que una matriz alimentaria juega un papel importante en la protección de los compuestos polifenólicos a la hora de la digestión gastrointestinal. Esto fue ilustrado por el trabajo de Cantele et al. (2020), quienes observaron que, en bebidas a base de cáscara de grano de cacao, los valores de capacidad de inhibición de CTP, capacidad antioxidante y actividad de glucosidasa disminuyeron hasta en un 76%, 57% y 52%, respectivamente, después de la digestión

gastrointestinal. Esto se debió a la ausencia de una matriz alimentaria en las muestras, lo cual no permitió proteger los compuestos polifenólicos. Por otro lado Rojo-Poveda et al. (2020), señalan que los polifenoles ligados a una matriz alimentaria son menos biodisponibles, pero se degradan menos durante la digestión, dichos autores reportan que los antioxidantes experimentan una menor degradación cuando están contenidos en matrices como frutas enteras que cuando se encuentran en extractos.

Figura 20

Contenido total de polifenoles antes de la digestión y CTP liberados en la fase intestinal



5. Conclusiones

Se determinó que el rendimiento de encapsulamiento aumenta cuando la temperatura aumenta y el flujo disminuye, sin importar si el caudal volumétrico de aire se encuentra en su valor bajo o alto, obteniéndose el mayor porcentaje de rendimiento con una temperatura de aire de secado 150°C, flujo de alimentación de 6 mL/min y caudal volumétrico de aire de secado de 28 m³/h. Además, la eficiencia de encapsulación se ve afectada de manera positiva a medida que el flujo aumenta, donde las condiciones que reportaron el mayor porcentaje de eficiencia (90,074 ± 1,196) fueron temperatura de aire de secado 120°C, flujo de alimentación de 10 mL/min y caudal volumétrico de aire de secado de 28 m³/h, es importante destacar que mientras se manejen temperaturas de aire de secado y caudales altos, dicha variable exhibirá mayores valores.

Las condiciones de operación durante el secado por aspersión que permitieron obtener cápsulas con una mayor bioaccesibilidad de polifenoles en la fase intestinal fueron: una temperatura de aire de secado de 150 °C, un flujo de alimentación de 10 ml/min y un caudal de aire de secado de 28 m³/h. Estas condiciones lograron una liberación de polifenoles de 8,009 ± 0,100 mg EAG/g EE.

6. Recomendaciones

Se sugiere ampliar el análisis a una variedad más extensa de condiciones de encapsulamiento. Esta ampliación permitirá una comprensión más completa de cómo diferentes variables pueden afectar la eficiencia de encapsulación y la posterior liberación de polifenoles, proporcionando así una base más sólida para la optimización del proceso.

Se recomienda evaluar el efecto de las condiciones utilizando diferentes tipos de mezclas y relaciones de encapsulantes, ya que esto puede influir en la eficiencia de encapsulación y la bioaccesibilidad de los polifenoles, para así maximizar estos parámetros.

Realizar una caracterización detallada de los productos encapsulados, incluyendo análisis de tamaño de partícula, morfología y distribución de polifenoles dentro de la cápsula.

Evaluar la escalabilidad del proceso tanto la extracción de polifenoles, así como del secado por aspersión, considerando los desafíos y adaptaciones necesarias para la producción a escala industrial.

Se recomienda dar continuación de la investigación para explorar la encapsulación de otros compuestos bioactivos extraídos de subproductos agroindustriales, contribuyendo a la sostenibilidad y valorización de residuos.

Referencias Bibliográficas

- Aguilar-Méndez, M. Á., San Martín Martínez, E., Yáñez-Fernández, J., & Navarro-Cerón, E. (2020). Nanoencapsulación de compuestos bioactivos con actividad antioxidante de *Justicia spicigera* (Muicle) y *Theobroma cacao* L. (Cacao). In *Avances de investigación en Nanociencias, Micro y Nanotecnologías. Volumen II* (pp. 29–46). OmniaScience. <https://doi.org/10.3926/oms.404.2>
- Aidé Perea Villamil Química, J., & Ibañez Chemistry Eric Andrew Decker Food Science, E. (2018). *ENCAPSULATION OF ANTIOXIDANTS FROM THEOBROMA CACAO L. Co-director.*
- Avogadro, A., Arlorio, P. M., & Panza, L. (2017). *Università degli Studi del Piemonte Orientale Formulation and characterization of spray-dried polyphenol-rich ingredients for functional foods Valentina Azzurra Papillo.*
- Bao, H., Ding, H. H., Pradeep, A., Charles, R., Hui, D., Rakshit, S., Nahashon, S., & Wu, Y. (2023). *Title Page: 1 2 Application of Yellow Mustard Mucilage in Encapsulation of Essential Oils and Polyphenols using Spray Drying.* <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0268005X23003612>
- Bartosz, T., & Irene, T. (2019). Polyphenols encapsulation - application of innovation technologies to improve stability of natural products. *Physical Sciences Reviews, 1*(2). <https://doi.org/10.1515/psr-2015-0005>
- Cáceres Prada Angie Milene. (2018). *Diseño experimental para estudiar el efecto de los materiales comerciales de cacao en Colombia y su origen en el rendimiento de extracción de pectina a partir de las cáscaras de cacao.*

- Cantele, C., Rojo-Poveda, O., Bertolino, M., Ghirardello, D., Cardenia, V., Barbosa-Pereira, L., & Zeppa, G. (2020). In vitro bioaccessibility and functional properties of phenolic compounds from enriched beverages based on cocoa bean shell. *Foods*, 9(6). <https://doi.org/10.3390/FOODS9060715>
- Chen, L., Cao, H., & Xiao, J. (2018). Polyphenols: Absorption, bioavailability, and metabolomics. In *Polyphenols: Properties, Recovery, and Applications* (pp. 45–67). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813572-3.00002-6>
- De Jesus, S. S., & Maciel Filho, R. (2014). Drying of α -amylase by spray drying and freeze-drying - A comparative study. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 31(3), 625–631. <https://doi.org/10.1590/0104-6632.20140313s00002642>
- Diaz, Y. L., Torres, L. S., Serna, J. A., & Sotelo, L. I. (2017). Efecto de la encapsulación en secado por atomización de biocomponentes de pitahaya amarilla con interés funcional. *Informacion Tecnologica*, 28(6), 23–34. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642017000600004>
- Fang, Z., & Bhandari, B. (2010). Encapsulation of polyphenols – a review. *Trends in Food Science & Technology*, 21(10), 510–523. <https://doi.org/10.1016/J.TIFS.2010.08.003>
- Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Kalbasi 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. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2012.04.006>
- Fedecacao. (2022, February 11). *La producción cacaotera nacional sigue creciendo: en 2021 logra un nuevo récord histórico*. <https://www.fedecacao.com.co/post/la-produccion-cacaotera-nacional-sigue-creciendo-en-2021-logra-un-nuevo-r%C3%A9cord-hist%C3%B3rico>

- Feng, Y., Zhang, M., Fan, K., & Mujumdar, A. S. (2018). Effects of drying methods on quality of fermented plant extract powder. *Drying Technology*, 36(15), 1913–1919. <https://doi.org/10.1080/07373937.2018.1461649>
- Francisca Sol Rojas Muñoz. (2021). *Revision-bibliografica-de-compuestos-fenolicos-su-efecto-en-la-salud*.
- Gaćina, N., Elez Garofulić, I., Zorić, Z., Pedisić, S., & Dragović-Uzelac, V. (2022). Influence of Encapsulation Parameters on the Retention of Polyphenols in Blackthorn Flower Extract. *Processes*, 10(12). <https://doi.org/10.3390/pr10122517>
- Gawalek, J., Domian, E., Ryniecki, A., & Bakier, S. (2017). Effects of the spray drying conditions of chokeberry (*Aronia melanocarpa* L.) juice concentrate on the physicochemical properties of powders. *International Journal of Food Science and Technology*, 52(9), 1933–1941. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13476>
- Gil, M., Restrepo, A., Millán, L., Alzate, L., & Rojano, B. (2014). Microencapsulation of Banana Passion Fruit (&i&t;Passiflora tripartita Var. Mollissima&t;/i&t;): A New Alternative as a Natural Additive as Antioxidant. *Food and Nutrition Sciences*, 05(08), 671–682. <https://doi.org/10.4236/fns.2014.58078>
- Grgić, J., Šelo, G., Planinić, M., Tišma, M., & Bucić-Kojić, A. (2020a). Role of the encapsulation in bioavailability of phenolic compounds. In *Antioxidants* (Vol. 9, Issue 10, pp. 1–36). MDPI. <https://doi.org/10.3390/antiox9100923>
- Grgić, J., Šelo, G., Planinić, M., Tišma, M., & Bucić-Kojić, A. (2020b). Role of the encapsulation in bioavailability of phenolic compounds. In *Antioxidants* (Vol. 9, Issue 10, pp. 1–36). MDPI. <https://doi.org/10.3390/antiox9100923>

- Hoskin, R. T., Grace, M. H., Xiong, J., & Lila, M. A. (2023). Spray-drying microencapsulation of blackcurrant and cocoa polyphenols using underexplored plant-based protein sources. *Journal of Food Science*, 88(6), 2665–2678. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.16590>
- Huang, H., Hao, S., Li, L., Yang, X., Cen, J., Lin, W., & Wei, Y. (2014). Influence of emulsion composition and spray-drying conditions on microencapsulation of tilapia oil. *Journal of Food Science and Technology*, 51(9), 2148–2154. <https://doi.org/10.1007/s13197-012-0711-2>
- Jiao, X., Li, B., Zhang, Q., Gao, N., Zhang, X., & Meng, X. (2018). Effect of in vitro-simulated gastrointestinal digestion on the stability and antioxidant activity of blueberry polyphenols and their cellular antioxidant activity towards HepG2 cells. *International Journal of Food Science and Technology*, 53(1), 61–71. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13516>
- Jokić, S., Nastić, N., Vidović, S., Flanjak, I., Aladić, K., & Vladić, J. (2020). An approach to value cocoa bean by-product based on subcritical water extraction and spray drying using different carriers. *Sustainability (Switzerland)*, 12(6). <https://doi.org/10.3390/su12062174>
- Kenneth, M., & Bautista, D. (2016). *Perspectiva actual de los polifenoles en México*.
- Laib, I., Kehal, F., Arris, M., Maameri, M. I., Lachlah, H., Bensouici, C., Mosbah, R., Houasnia, M., & Barkat, M. (2021). Effect of in vitro gastrointestinal digestion on phenolic compounds and the antioxidant activity of *Camellia sinensis* L. green tea from organic farming. *Nutrition Clinique et Metabolisme*, 35(3), 212–221. <https://doi.org/10.1016/j.nupar.2020.12.003>
- Lee, S. Y., Ferdinand, V., & Siow, L. F. (2022). Effect of drying methods on yield, physicochemical properties, and total polyphenol content of chamomile extract powder. *Frontiers in Pharmacology*, 13. <https://doi.org/10.3389/fphar.2022.1003209>

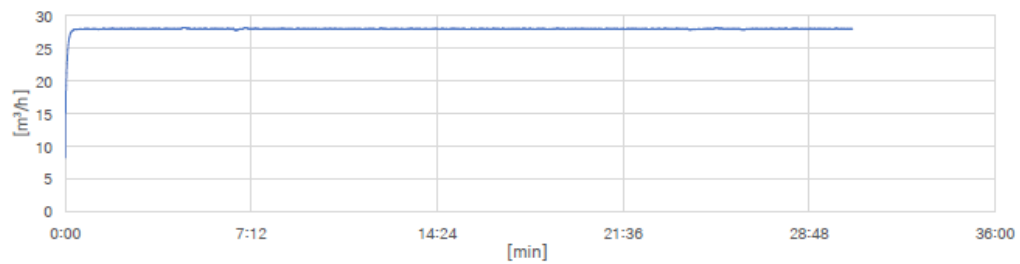
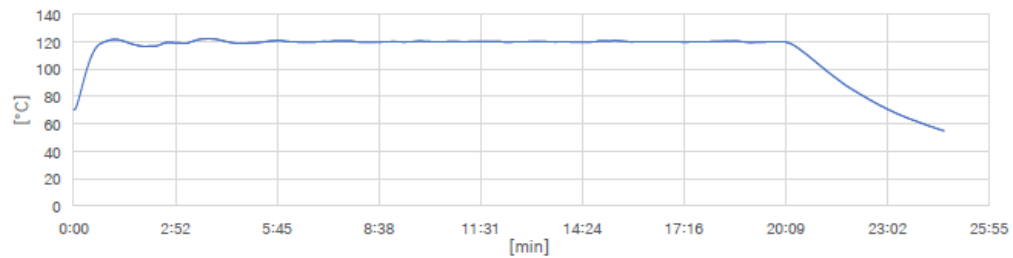
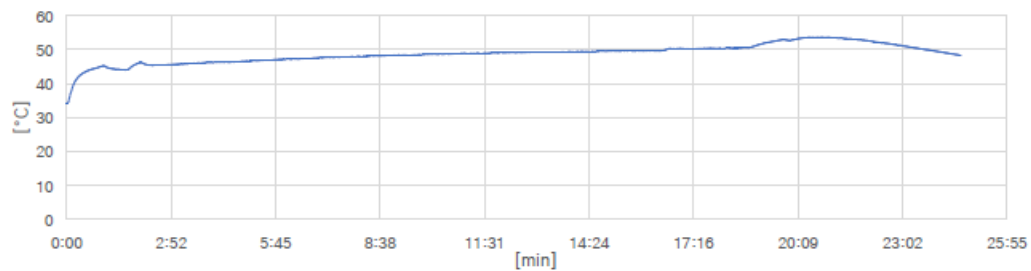
- Llerena, W., Samaniego, I., Vallejo, C., Arreaga, A., Zhunio, B., Coronel, Z., Quiroz, J., Angós, I., & Carrillo, W. (2023). Profile of Bioactive Components of Cocoa (*Theobroma cacao* L.) By-Products from Ecuador and Evaluation of Their Antioxidant Activity. *Foods*, *12*(13). <https://doi.org/10.3390/foods12132583>
- Martínez, O. LA. (2015). Microencapsulación mediante secado... Esquivel-González B. MICROENCAPSULACIÓN MEDIANTE SECADO POR ASPERSIÓN DE COMPUESTOS BIOACTIVOS. In *Rev. Iber. Tecnología Postcosecha* (Vol. 16, Issue 2).
- Minekus, M., Alming, M., Alvito, P., Ballance, S., Bohn, T., Bourlieu, C., Carrière, F., Boutrou, R., Corredig, M., Dupont, D., Dufour, C., Egger, L., Golding, M., Karakaya, S., Kirkhus, B., Le Feunteun, S., Lesmes, U., MacIerzanka, A., MacKie, A., ... Brodkorb, A. (2014). A standardised static in vitro digestion method suitable for food-an international consensus. *Food and Function*, *5*(6), 1113–1124. <https://doi.org/10.1039/c3fo60702j>
- Ministerio de Agricultura. (2021, November 5). *Colombia registró la mayor producción de cacao de la historia, en el último año cacaotero*. <https://www.minagricultura.gov.co/noticias/Paginas/Colombia-registr%C3%B3-la-mayor-producci%C3%B3n-de-cacao-de-la-historia,-en-el-%C3%BAltimo-a%C3%B1o-cacaotero.aspx>
- Murcia Artunduaga, K. S., & Castañeda, M. del R. (2022). Evaluación del contenido de fenoles totales y capacidad antioxidante de extractos etanólicos de la cáscara de cacao (*Theobroma cacao* L.). *Revista de Investigación Agraria y Ambiental*, *13*(2), 53–66. <https://doi.org/10.22490/21456453.4717>
- Murillo-Méndez, C. J., Molina-Velasco, D. R., López-Giraldo, L. J., & Salazar-Beleño, A. M. (2021). Evaluación de la bioaccesibilidad de cadmio en formulaciones de chocolatería por

- digestión gastrointestinal in vitro. *Biotecnología En El Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 20(1), 68–83. <https://doi.org/10.18684/bsaa.v.n.2022.1746>
- Navarro-Flores, M. J., Ventura-Canseco, L. M. C., Meza-Gordillo, R., Ayora-Talavera, T. del R., & Abud-Archila, M. (2020). Spray drying encapsulation of a native plant extract rich in phenolic compounds with combinations of maltodextrin and non-conventional wall materials. *Journal of Food Science and Technology*, 57(11), 4111–4122. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04447-w>
- Nguyen, V. T., Huynh, T., Tran, N., & Pham, C. A. (2024). Utilization of cocoa pod husk (*Theobroma cacao L.*) for production of microencapsulated powder rich in alkaloids. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-4019815/v1>
- Nguyen, V. T., Tran, A. X., & Le, V. A. T. (2021). Microencapsulation of phenolic-enriched extract from cocoa pod husk (*Theobroma cacao L.*). *Powder Technology*, 386, 136–143. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.03.033>
- Nori, M. P., Favaro-Trindade, C. S., Matias de Alencar, S., Thomazini, M., de Camargo Balieiro, J. C., & Contreras Castillo, C. J. (2011). Microencapsulation of propolis extract by complex coacervation. *LWT*, 44(2), 429–435. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.09.010>
- Ozkan, G., Franco, P., De Marco, I., Xiao, J., & Capanoglu, E. (2019). A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. *Food Chemistry*, 272, 494–506. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.205>
- PhD Student: Melania Grassia. (2018). *Green extraction of polyphenols from cocoa shells and microencapsulation to produce a functional chocolate bar.*

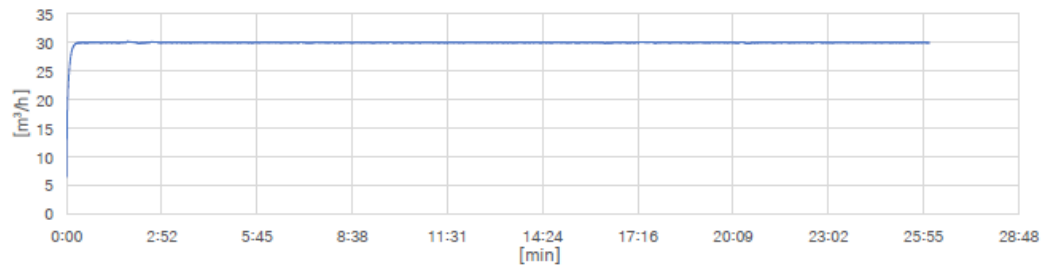
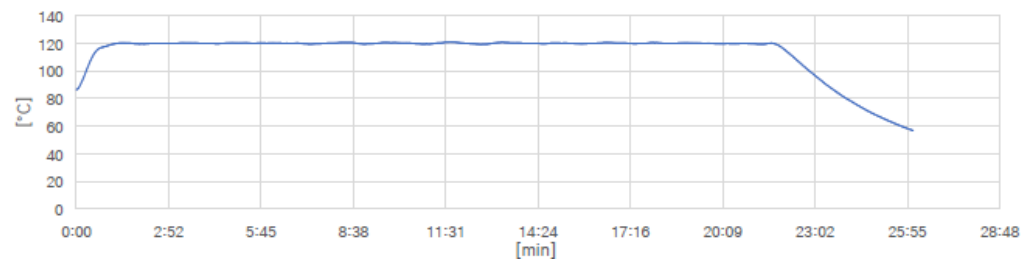
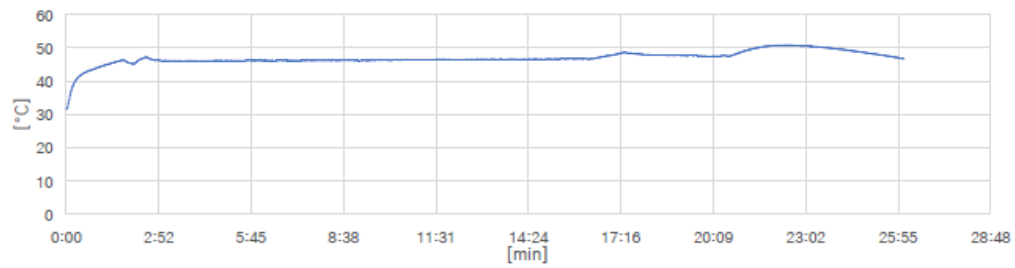
- Pico-Hernández, S. M., Murillo-Méndez, C. J., & López-Giraldo, L. J. (2020). Extraction, separation, and evaluation of antioxidant effect of the different fractions of polyphenols from cocoa beans. *Revista Colombiana de Química*, 49(3), 19–27. <https://doi.org/10.15446/rcq.v49n3.84082>
- Quiceno-Suarez, A., Cadena-Chamorro, E. M., Ciro-Velásquez, H. J., & Arango-Tobón, J. C. (2024). By-products of the cocoa agribusiness: high value-added materials based on their bromatological and chemical characterization. *Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín*, 77(1), 10585–10599. <https://doi.org/10.15446/rfnam.v77n1.107738>
- Quiroga Ruiz Yasmin, & Herrera Sanchez Danilo Alfonso. (2019). *Efecto de la adición de polifenoles sobre las características químicas y sensoriales de un chocolate*.
- Rojo-Poveda, O., Barbosa-Pereira, L., Khattabi, C. El, Youl, E. N. H., Bertolino, M., Delporte, C., Pochet, S., & Stévigny, C. (2020). Polyphenolic and methylxanthine bioaccessibility of cocoa bean shell functional biscuits: Metabolomics approach and intestinal permeability through CaCo-2 cell models. *Antioxidants*, 9(11), 1–21. <https://doi.org/10.3390/antiox9111164>
- Salgado Padilla Jesus David. (2020). *Una revisión de la Microencapsulación de compuestos polifenólicos en la industria alimentaria y farmacéutica*.
- Secolin, V. A., Souza, C. R. F., & Oliveira, W. P. (2017). Spray drying of lipid-based systems loaded with *Camellia sinensis* polyphenols. *Journal of Liposome Research*, 27(1), 11–20. <https://doi.org/10.3109/08982104.2016.1140183>
- Sonone, V. S., Unde, P. A., & Pawar, D. A. (2017). *EFFECT OF SPRAY DRYING PROCESS PARAMETERS ON DIFFERENT PROPERTIES OF ACID LIME JUICE POWDER*. www.tjprc.org

- Toro Uribe, S. (2018). *Encapsulation of antioxidants from Theobroma cacao l. for food applications: In vitro bioaccessibility and kinetic release profile.*
- Valenzuela Cornejo Lilian Janeth. (2022). *Efecto de los parámetros de encapsulación, temperatura y flujo de alimentación de secado por atomización sobre la actividad antioxidante en café arábigo Coffea arábica L.variedad castillo.*
- Vázquez-Núñez, M. de los Á., Aguilar-Zárate, M., Gómez-García, R., Reyes-Luna, C., Aguilar-Zárate, P., & Michel, M. R. (2023). The Specific Encapsulation of Procyanidins from Litchi Peel and Coffee Pulp Extracts via Spray-Drying Using Green Polymers. *Polymers*, 15(18). <https://doi.org/10.3390/polym15183823>
- Yenny Mayerly Herrera Ardila, Q. (2013). *Microencapsulación de compuestos con poder antioxidante extraídos a partir de semillas sin fermentar de Theobroma cacao y Theobroma grandiflorum.*
- Zapata, K., Rojano, B. A., & Cortes, F. B. (2015). Efecto térmico del secado por aspersion sobre los metabolitos antioxidantes de la curuba larga (*Passiflora mollissima* baley). *Informacion Tecnologica*, 26(1), 77–84. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642015000100009>

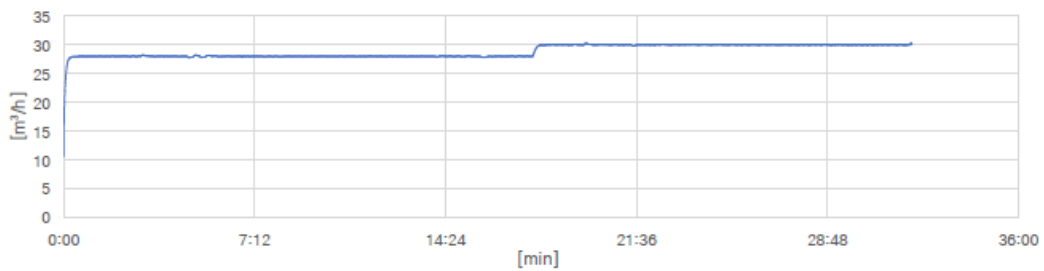
Apéndices

Apéndice A. Perfiles de temperatura de entrada, del gas de secado y del producto en el equipo de secado por aspersión**Tabla 12.***Perfiles de temperatura de entrada, del gas de secado y del producto por Spray-Dryer***Muestra 1****Gas de secado****Temperatura de entrada****Temperatura del producto**

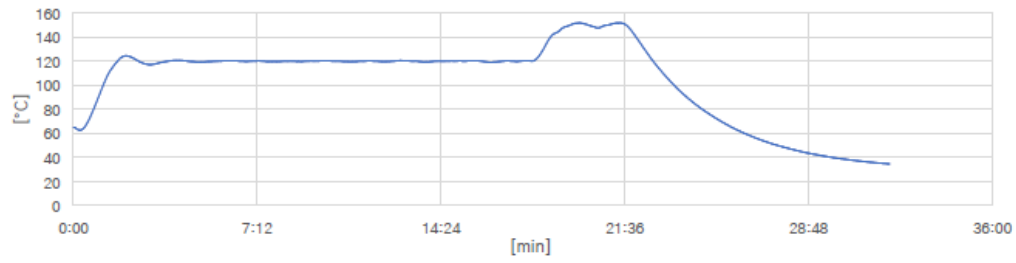
Muestra 2

Gas de secado**Temperatura de entrada****Temperatura del producto**

Muestra 3

Gas de secado

Temperatura de entrada

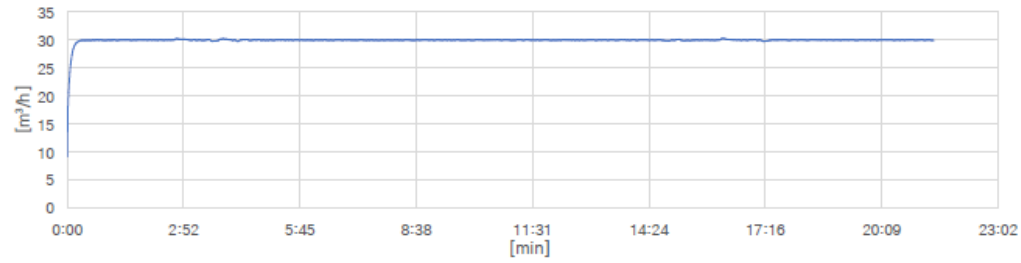


Temperatura del producto

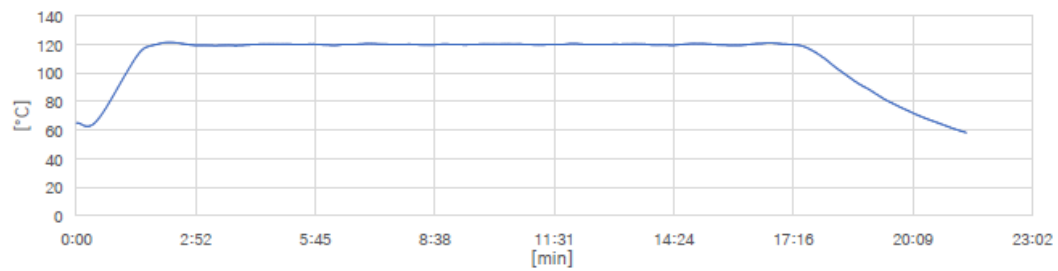


Muestra 4

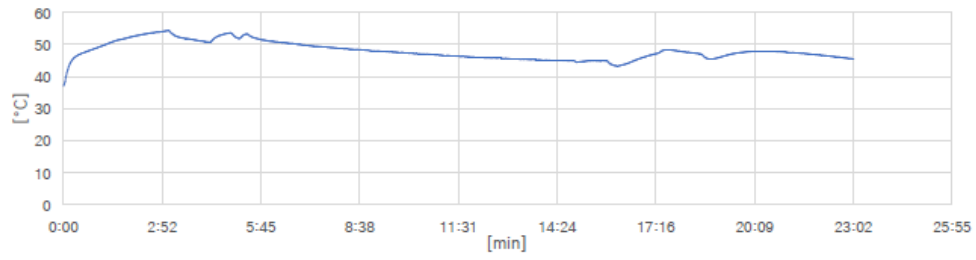
Gas de secado



Temperatura de entrada

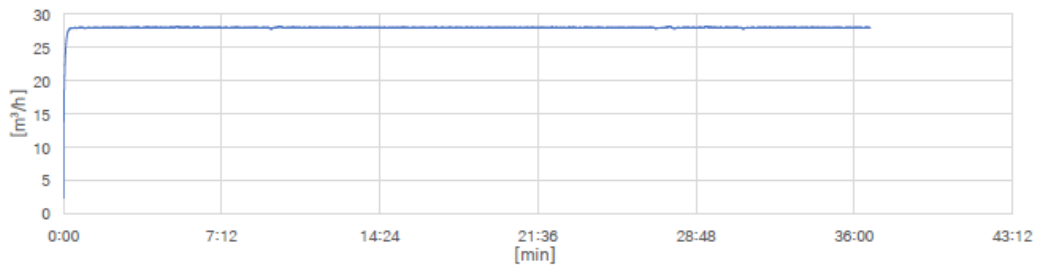


Temperatura del producto

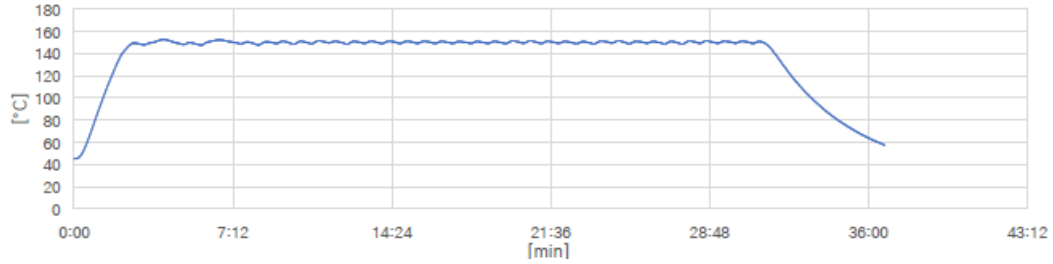


Muestra 5

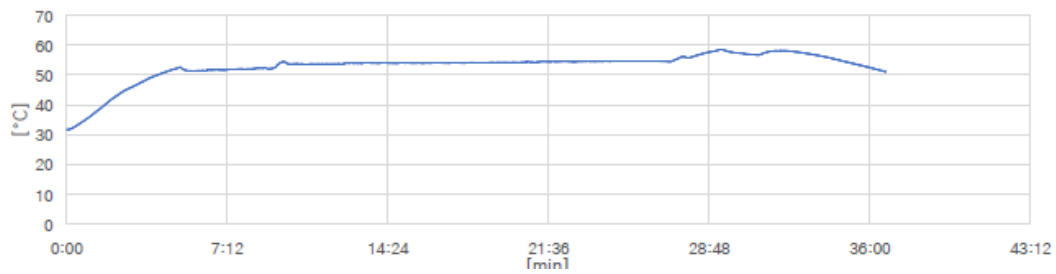
Gas de secado



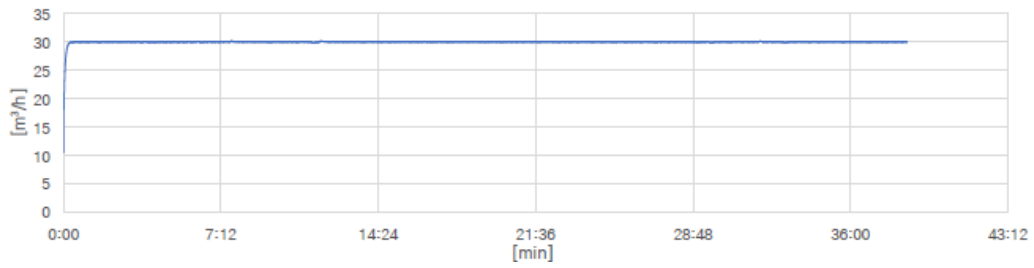
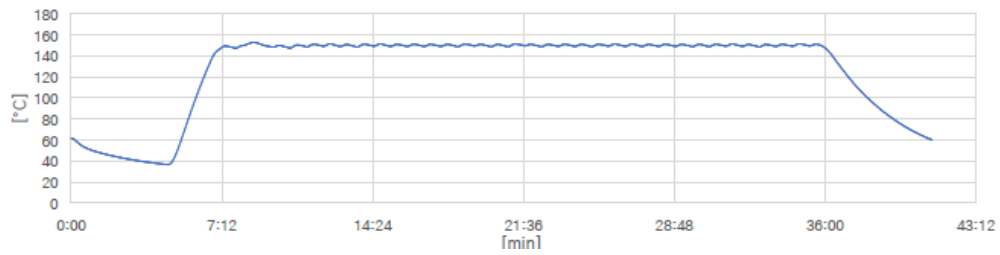
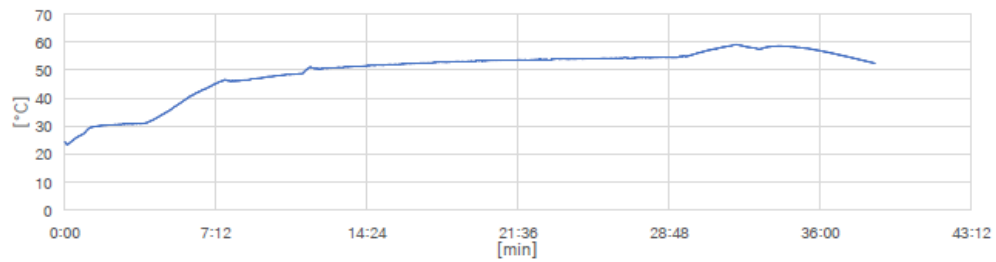
Temperatura de entrada



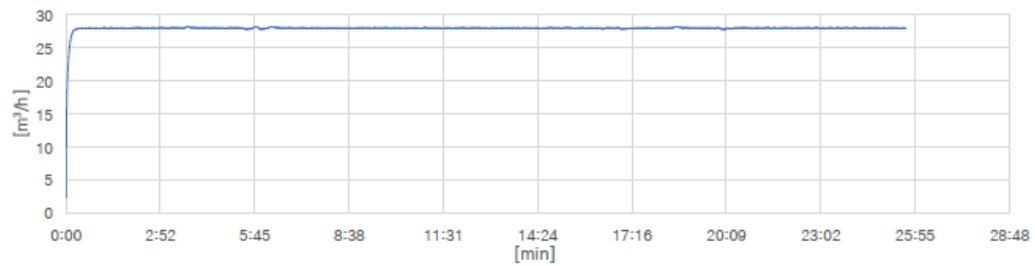
Temperatura del producto



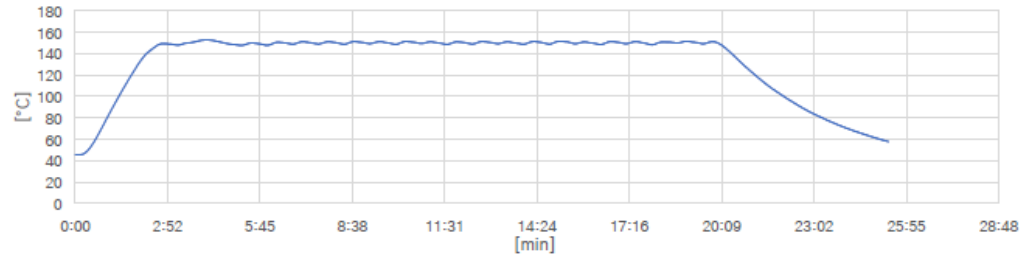
Muestra 6

Gas de secado**Temperatura de entrada****Temperatura del producto**

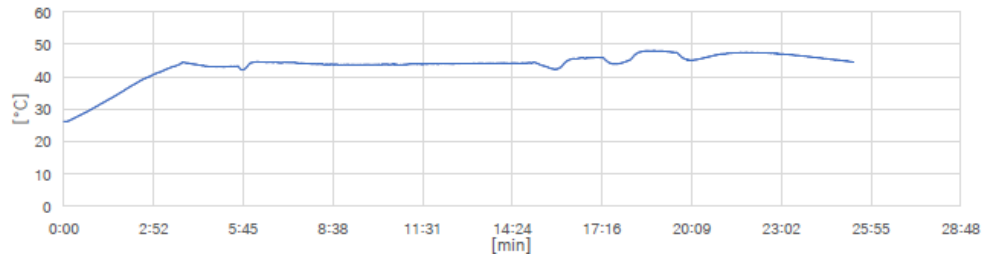
Muestra 7

Gas de secado

Temperatura de entrada

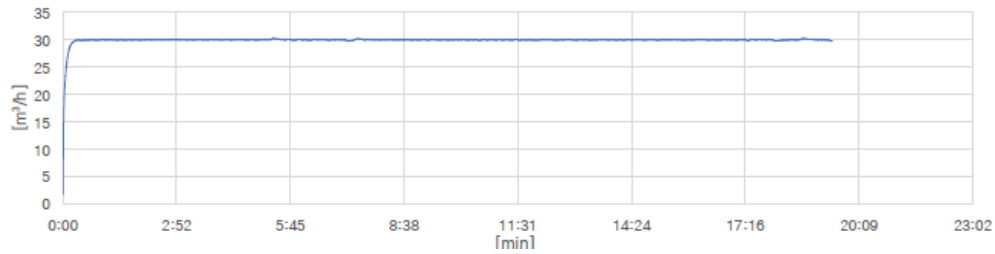


Temperatura del producto

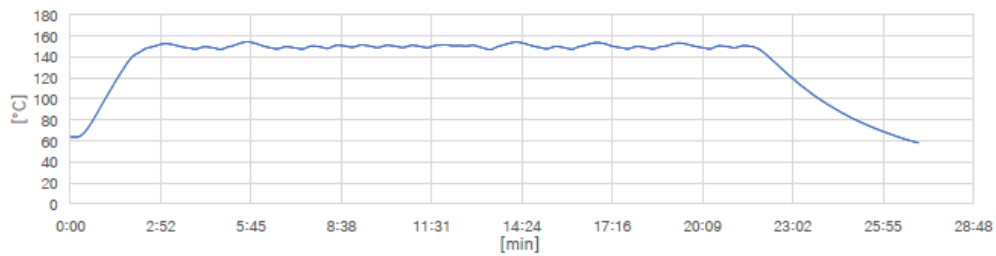


Muestra 8

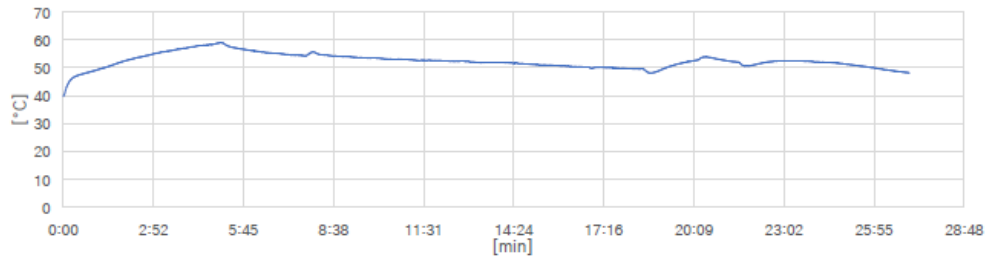
Gas de secado



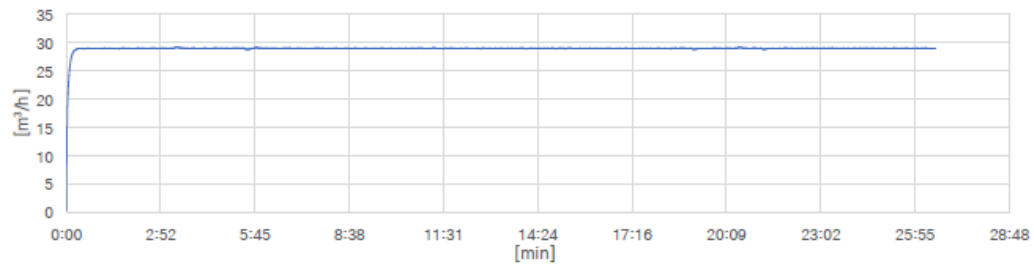
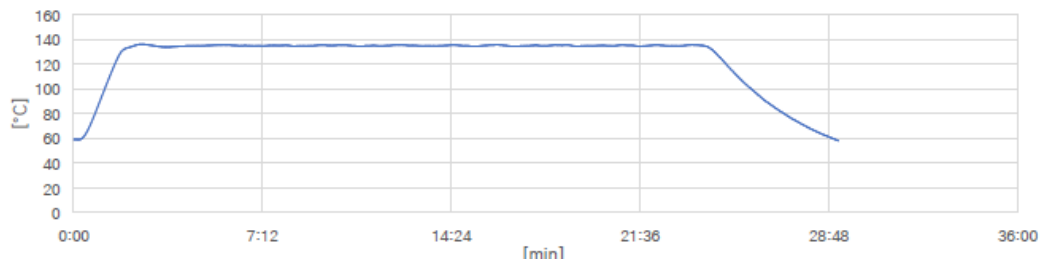
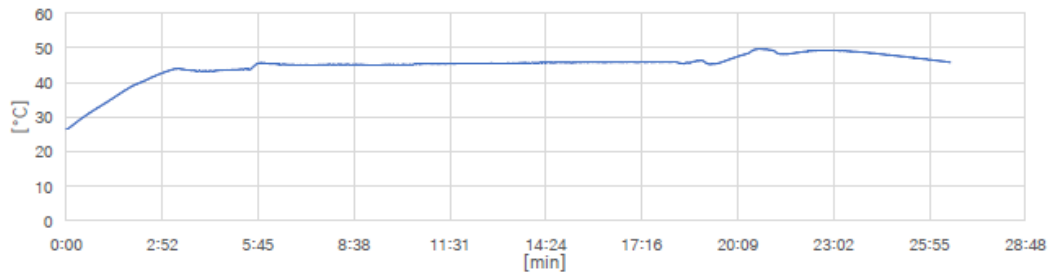
Temperatura de entrada



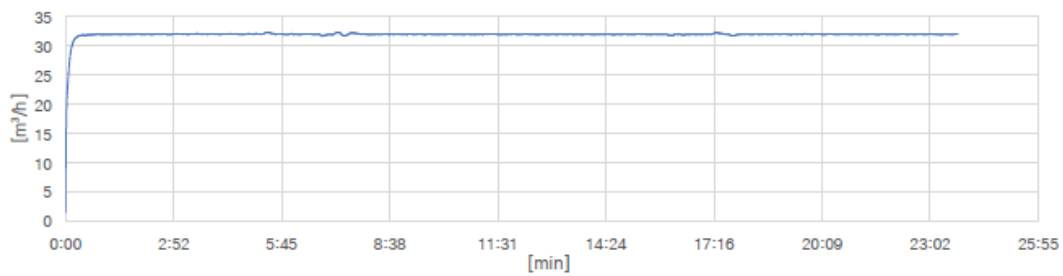
Temperatura del producto



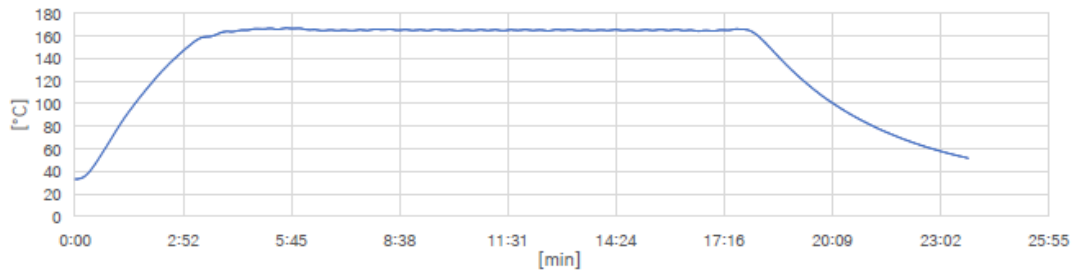
Punto Central

Gas de secado**Temperatura de entrada****Temperatura del producto**

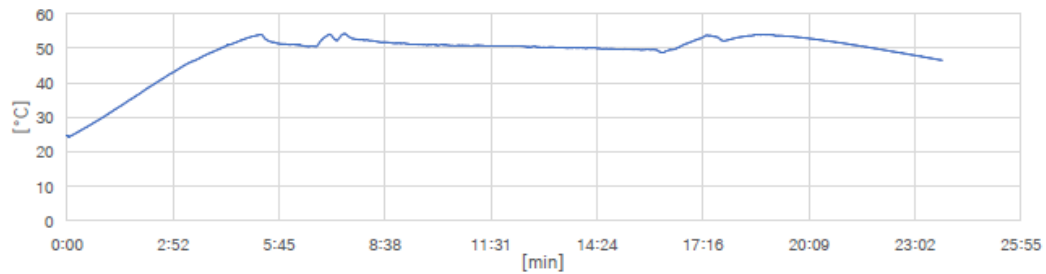
Punto Estrella

Gas de secado

Temperatura de entrada



Temperatura del producto

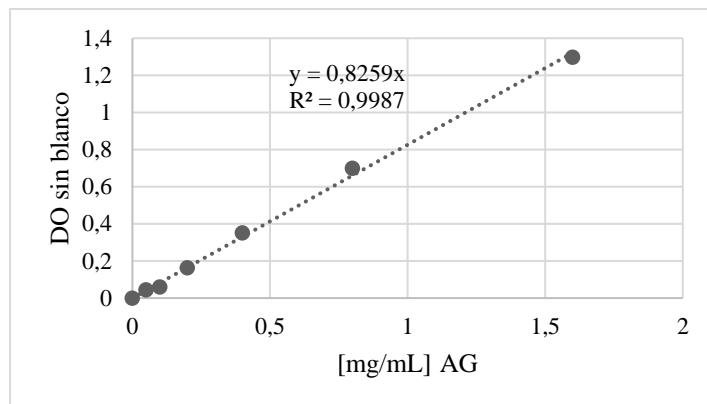


Apéndice B. Curva de calibración Ácido Gálico

Tabla 13

Datos curva de calibración

[mg/mL] AG	DO con blanco	DO sin blanco
0	0,096	0
0,05	0,14	0,044
0,1	0,157	0,061
0,2	0,259	0,163
0,4	0,448	0,352
0,8	0,796	0,7
1,6	1,394	1,298

Figura 21*Curva de calibración*

Apéndice C. Datos de densidad óptica, peso de muestra y volumen de dilución para el cálculo de CTPf y CSP

Tabla 14*Datos cálculo de CTP y CSP*

Muestra	CONTENIDO TOTAL DE POLIFENOLES				CONTENIDO SUPERFICIAL DE POLIFENOLES			
	Peso muestra [g]	Vol dilución [ml]	DO1	DO2	Peso muestra [g]	Vol dilución [ml]	DO1	DO2
Muestra 1	0,1002	3,5	0,253	0,255	0,1005	1	0,170	0,168
	0,1006	3,5	0,247	0,247	0,1005	1	0,182	0,183
Muestra 1 Duplicado	0,1001	3,5	0,251	0,232	0,1003	1	0,175	0,174
	0,1001	3,5	0,288	0,279	0,1006	1	0,175	0,178
Muestra 2	0,1004	3,5	0,270	0,277	0,1002	1	0,213	0,217
	0,1001	3,5	0,241	0,237	0,1001	1	0,221	0,223
Muestra 2 Duplicado	0,1001	3,5	0,236	0,244	0,1008	1	0,216	0,217
	0,1004	3,5	0,268	0,273	0,1008	1	0,193	0,202
Muestra 3	0,1008	3,5	0,259	0,286	0,1004	1	0,155	0,159
	0,1009	3,5	0,293	0,296	0,1001	1	0,177	0,174
Muestra 3 duplicado	0,1016	3,5	0,233	0,248	0,1001	1	0,151	0,146
	0,1015	3,5	0,270	0,274	0,1003	1	0,144	0,144
Muestra 4	0,1013	3,5	0,308	0,312	0,1003	1	0,184	0,181
	0,1009	3,5	0,319	0,323	0,1001	1	0,197	0,196

Muestra 4	0,1014	3,5	0,337	0,347	0,1004	1	0,186	0,185
Duplicado	0,1016	3,5	0,291	0,293	0,1004	1	0,185	0,180
Muestra 5	0,1004	3,5	0,286	0,295	0,1003	1	0,217	0,225
	0,1	3,5	0,256	0,274	0,1005	1	0,187	0,193
Muestra 5	0,1009	3,5	0,278	0,270	0,1006	1	0,180	0,182
Duplicado	0,1005	3,5	0,305	0,283	0,1004	1	0,198	0,199
Muestra 6	0,1021	3,5	0,319	0,317	0,1004	1	0,183	0,188
	0,1018	3,5	0,314	0,314	0,1006	1	0,188	0,188
Muestra 6	0,1018	3,5	0,334	0,331	0,1004	1	0,188	0,188
Duplicado	0,1018	3,5	0,352	0,352	0,1003	1	0,181	0,186
Muestra 7	0,1020	3,5	0,336	0,344	0,1005	1	0,179	0,179
	0,1021	3,5	0,322	0,318	0,1003	1	0,178	0,179
Muestra 7	0,1021	3,5	0,353	0,360	0,1004	1	0,179	0,188
Duplicado	0,1021	3,5	0,349	0,352	0,1004	1	0,180	0,181
Muestra 8	0,1019	3,5	0,301	0,309	0,1003	1	0,185	0,188
	0,1018	3,5	0,293	0,297	0,1003	1	0,178	0,180
Muestra 8	0,1018	3,5	0,298	0,297	0,1	1	0,168	0,168
Duplicado	0,1019	3,5	0,278	0,286	0,1003	1	0,174	0,175
Punto estrella	0,1009	3,5	0,433	0,458	0,101	1	0,242	0,245
	0,1009	3,5	0,450	0,446	0,101	1	0,222	0,221
Punto estrella duplicado	0,1006	3,5	0,449	0,444	0,1004	1	0,240	0,241
	0,1006	3,5	0,468	0,461	0,1004	1	0,241	0,241
Punto central	0,1000	3,5	0,392	0,4	0,1005	1	0,184	0,182
	0,1000	3,5	0,401	0,404	0,1005	1	0,187	0,184
Punto central duplicado	0,1000	3,5	0,393	0,38	0,1005	1	0,191	0,192
	0,1000	3,5	0,397	0,384	0,1005	1	0,194	0,192

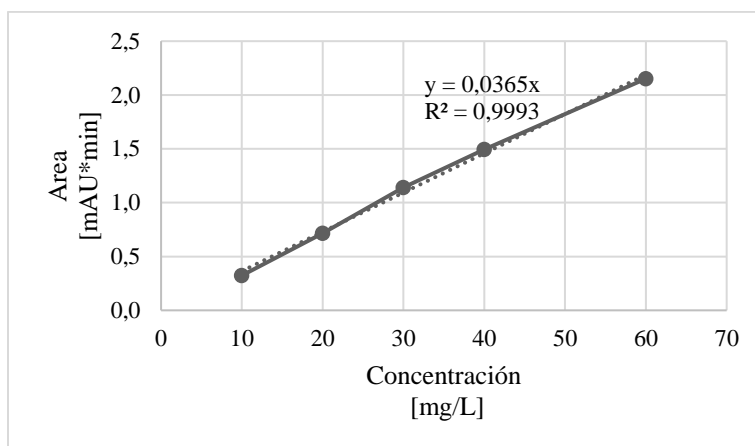
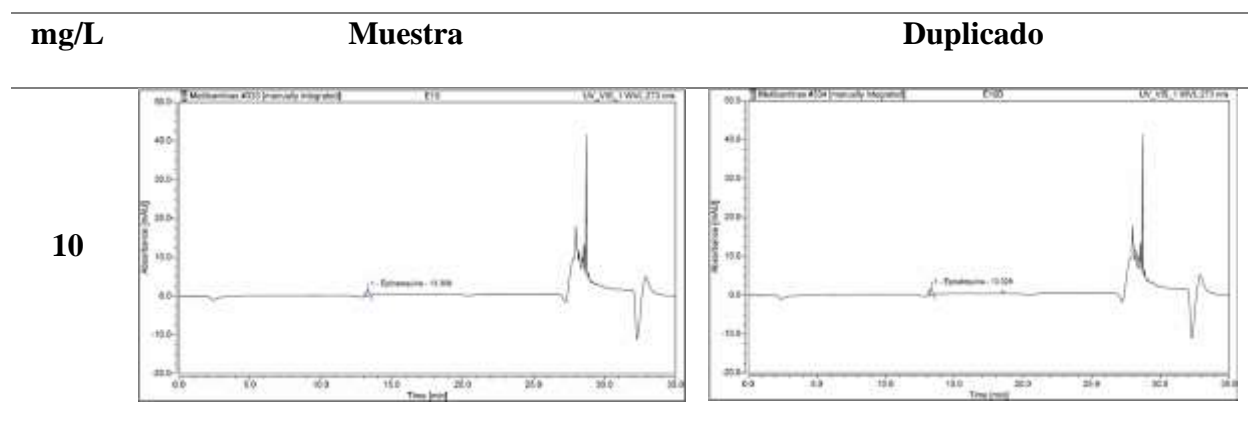
Apéndice D. Curvas de calibración estándares de referencia

Tabla 15

Datos curva de calibración Epicatequina

Epicatequina	
Concentración [mg/L]	Area [mAU*min]
10	0,324 ± 0,018
20	0,717 ± 0,011

30	1,140 ± 0,009
40	1,494 ± 0,028
60	2,152 ± 0,196

Figura 22*Curva de calibración Epicatequina***Tabla 16***Cromatogramas estándar de referencia Epicatequina*

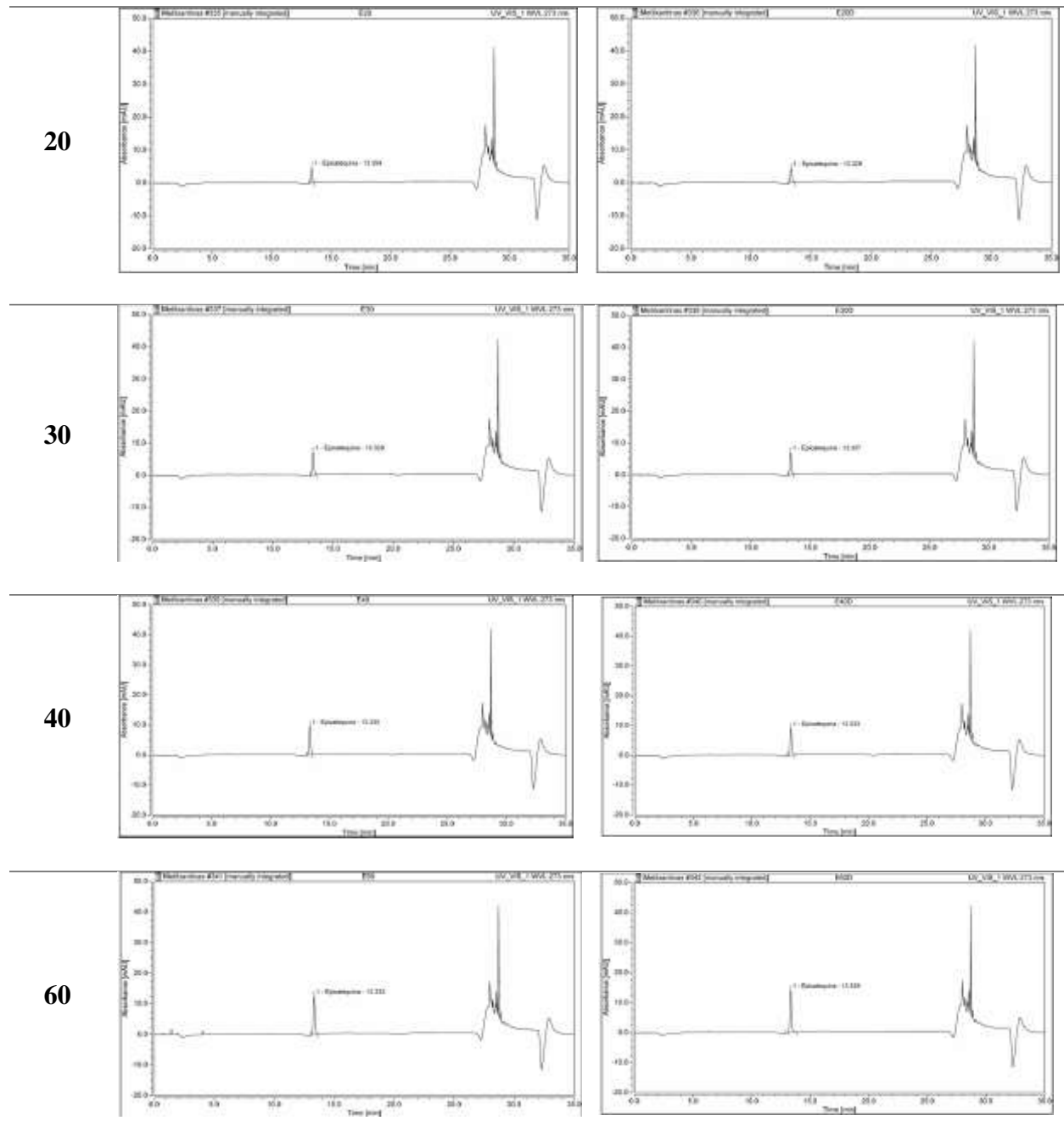


Tabla 17*Datos curva de calibración Catequina*

Catequina	
Concentración [mg/L]	Area [mAU*min]
1,5	0,007 ± 0,000
3	0,040 ± 0,001
6	0,087 ± 0,000
12	0,234 ± 0,002
30	0,772 ± 0,006

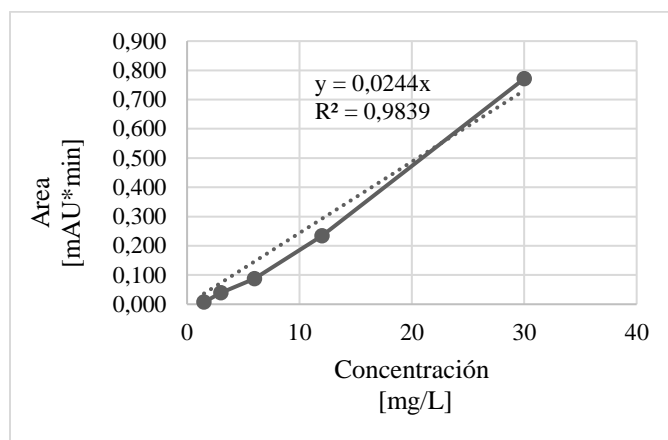
Figura 23*Curva de calibración Catequina*

Tabla 18

Cromatogramas estandar de referencia Catequina

mg/L	Muestra	Duplicado
1.5		
3		
6		
12		

30

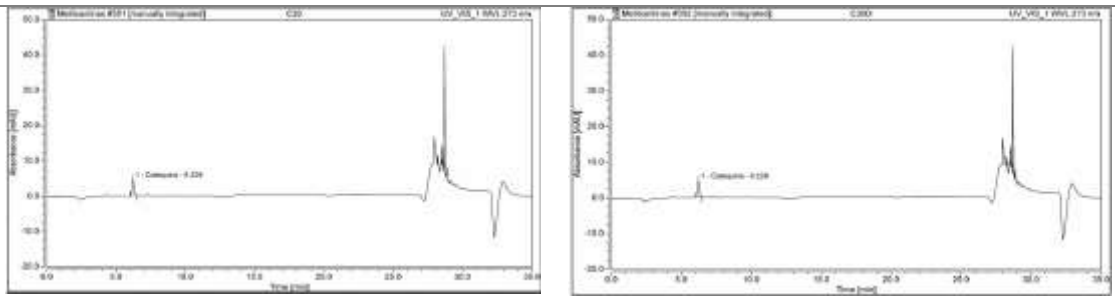


Tabla 19

Cromatogramas extracto líquido

Muestra

Duplicado

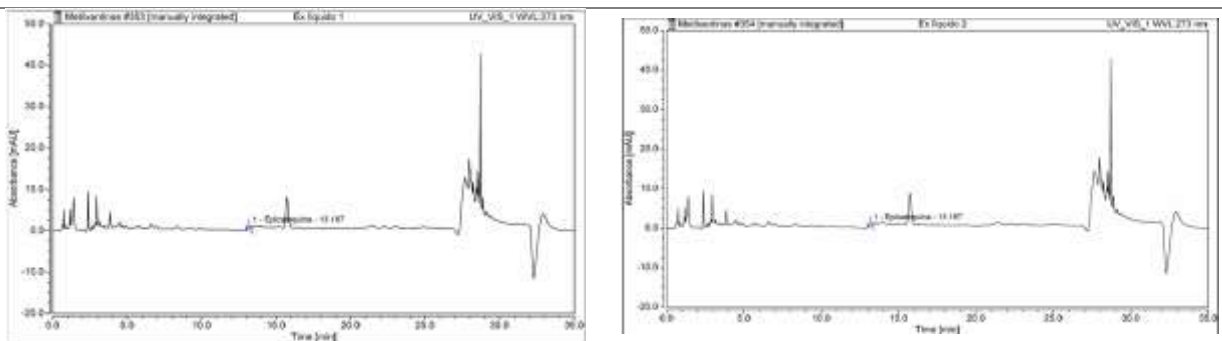
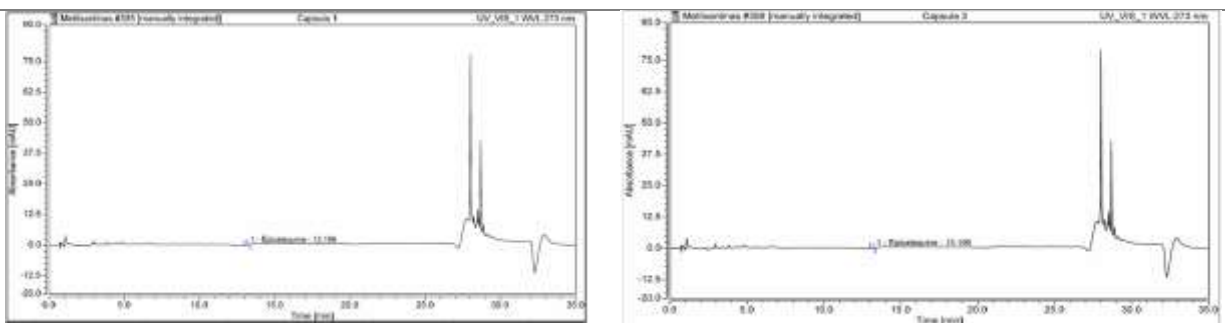


Tabla 20

Cromatogramas microcápsulas

Muestra

Duplicado



Apéndice E. Gráficas capacidad antioxidante

Las gráficas que se muestran al costado izquierdo pertenecen a las microcápsulas no digeridas y las gráficas al costado derecho a las microcápsulas digeridas.

Figura 24

Gráfica capacidad antioxidante punto estrella

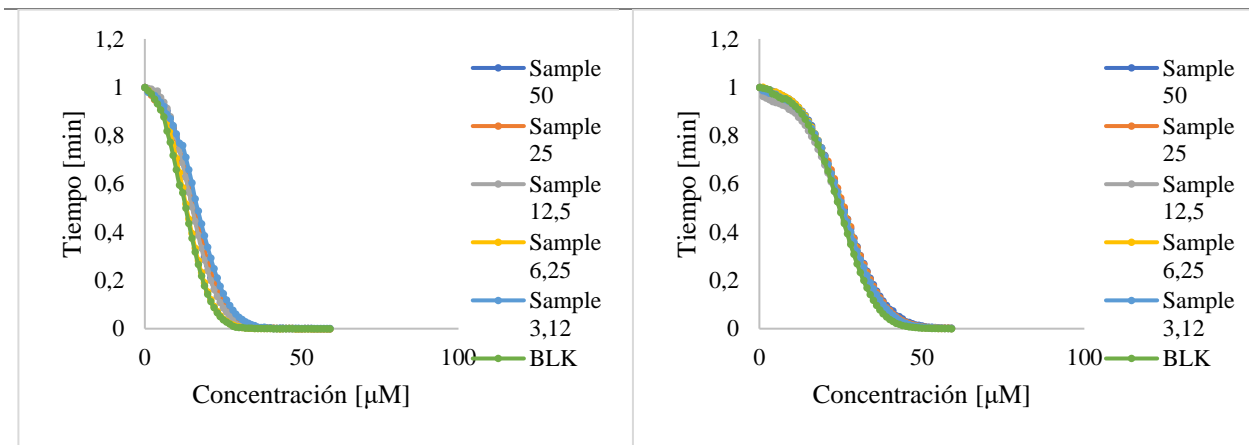


Figura 25

Gráfica capacidad antioxidante punto central

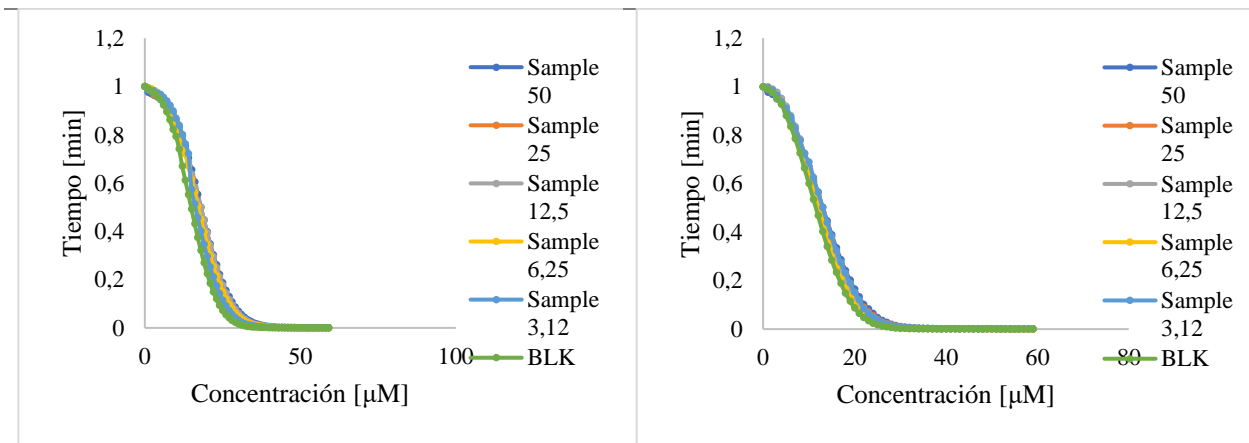


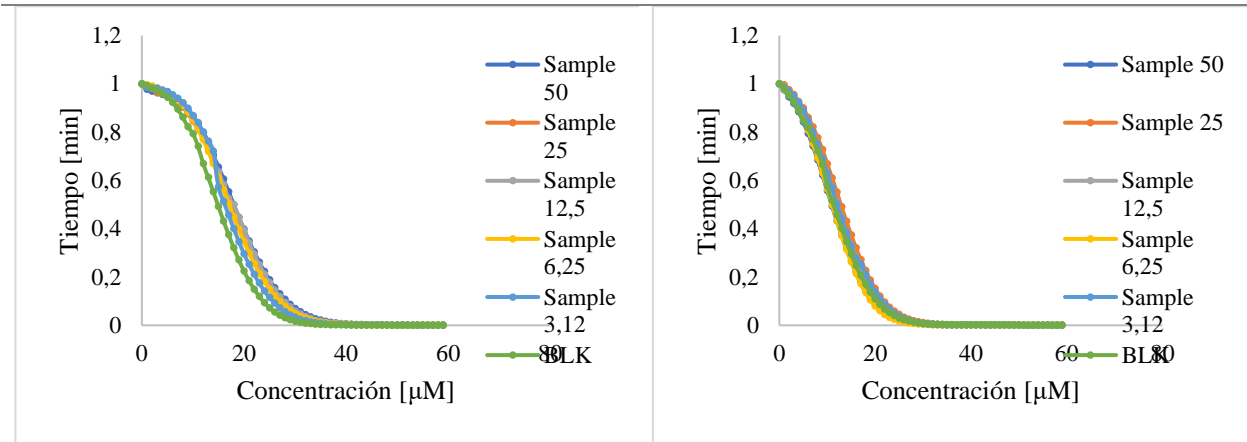
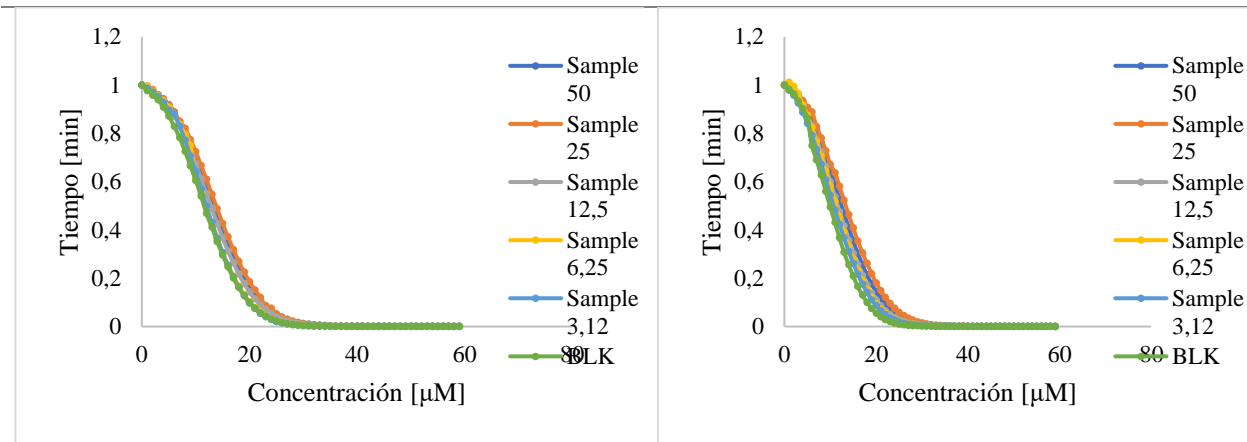
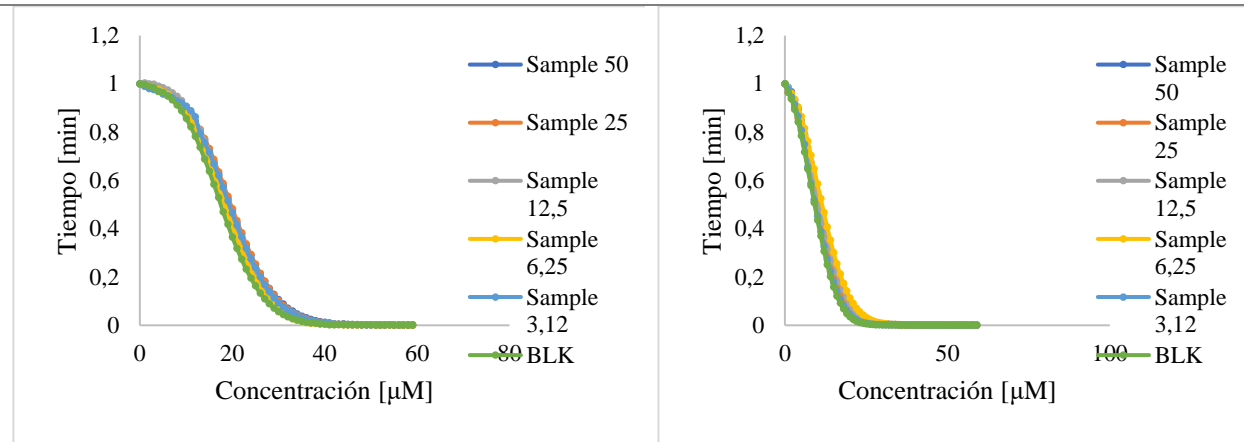
Figura 26*Gráfica capacidad antioxidante muestra 7***Figura 27***Gráfica capacidad antioxidante muestra 6*

Figura 28*Gráfica capacidad antioxidante muestra 5*

Apéndice F. Datos cálculo porcentaje de bioaccesibilidad

Tabla 21

Datos % Biaccesibilidad

Muestra	Peso CTP [g]	Vol de dilución fase Bucal [ml]	Vol de dilución fase Gástrica [ml]	Vol de dilución fase Intestinal [ml]	DO1 Fase Bucal	DO2 Fase Bucal	DO1 Fase Gástrica	DO2 Fase Gástrica	DO1 Fase Intestinal	DO1 Fase Intestinal	Fase Bucal	Fase Gástrica	Fase Intestinal
											CTP _f [mgEAG/gEE]	CTP _f [mgEAG/gEE]	CTP _f [mgEAG/gEE]
5	0,8149	2,5	8,60	18,34	1,519	1,477	0,628	0,622	0,298	0,283	5,2078	6,7596	5,3001
	0,8149	2,5	8,60	18,34	1,473	1,463	0,619	0,610	0,281	0,285	5,0964	6,6255	5,0958
5 duplicado	0,8145	2,5	8,70	18,18	1,404	1,405	0,594	0,623	0,281	0,284	4,8629	6,6282	5,0403
	0,8145	2,5	8,70	18,18	1,424	1,428	0,611	0,624	0,280	0,280	4,9428	6,7446	4,9727
6	0,8421	2,5	8,99	18,08	0,777	0,773	0,850	0,846	0,383	0,388	4,8814	9,7205	7,5259
	0,8421	2,5	8,99	18,08	0,774	0,765	0,831	0,812	0,387	0,387	4,8419	9,3779	7,5648
6 duplicado	0,8420	2,5	8,83	18,07	0,779	0,775	0,862	0,865	0,379	0,369	4,8964	9,7454	7,2238
	0,8420	2,5	8,83	18,07	0,789	0,785	0,856	0,865	0,373	0,374	4,9683	9,7073	7,2108
7	0,8320	2,5	8,67	17,91	0,810	0,781	0,690	0,705	0,409	0,415	5,0899	7,5893	8,2363
	0,8320	2,5	8,67	17,91	0,824	0,790	0,737	0,690	0,397	0,403	5,1736	7,7912	7,9235
7 duplicado	0,8317	2,5	9,10	18,33	0,804	0,769	0,665	0,695	0,384	0,398	5,0262	7,7368	7,8721
	0,8317	2,5	9,10	18,33	0,779	0,823	0,742	0,728	0,398	0,394	5,1317	8,4654	8,0055
Central	0,8154	2,5	8,96	18,00	0,852	0,872	0,896	0,880	0,408	0,411	5,6872	10,5374	8,3794
	0,8154	2,5	8,96	18,00	0,910	0,862	0,898	0,892	0,394	0,406	5,8654	10,6306	8,1255
Central duplicado	0,8154	2,5	8,90	18,30	0,862	0,854	0,898	0,899	0,400	0,400	5,6575	10,6056	8,2609
	0,8154	2,5	8,90	18,30	0,830	0,894	0,892	0,886	0,395	0,401	5,6872	10,4801	8,2065
Estrella	0,8149	2,5	9,08	18,32	1,011	0,977	0,823	0,829	0,408	0,403	6,6714	9,8487	8,4247
	0,8149	2,5	9,08	18,32	1,027	0,980	0,843	0,848	0,406	0,404	6,7419	10,1117	8,4111
Estrella duplicado	0,8158	2,5	8,92	18,22	1,033	1,039	0,735	0,731	0,373	0,375	6,9757	8,4332	7,5176
	0,8158	2,5	8,92	18,22	1,028	1,038	0,751	0,732	0,372	0,383	6,9534	8,5457	7,6123