

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE

FACULTAD DE CIENCIAS

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

INGENIERIA FÍSICA

**PROCESO DE SECADO PARA LA CONSERVACIÓN DE
AGENTES BIOACTIVOS EN ARÁNDANOS.**

NICOLÁS MAURICIO CANDIA MUÑOZ.

Profesor Guía: Dr. Luis Gaete Garretón.

SANTIAGO - CHILE

2014

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE

FACULTAD DE CIENCIAS

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

INGENIERIA FÍSICA

**PROCESO DE SECADO PARA LA CONSERVACIÓN DE
AGENTES BIOACTIVOS EN ARÁNDANOS.**

Trabajo de Graduación presentado a la Facultad de Ciencia, en cumplimiento
parcial de los requerimientos exigidos para optar al Título Profesional de
Ingeniero Físico.

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE.

SANTIAGO – CHILE.

DICIEMBRE 2014.

**PROCESO DE SECADO PARA LA CONSERVACIÓN DE
AGENTES BIOACTIVOS EN ARÁNDANOS.**

NICOLÁS MAURICIO CANDIA MUÑOZ.

Este trabajo de Graduación fue preparado bajo la supervisión del profesor guía Dr. Luis Gaete Garretón, del Departamento de Física y ha sido aprobado por los miembros de la Comisión Calificadora, de, candidato, Sr. Nicolás Mauricio Candia Muñoz.

.....
Yolanda Vargas Hernández

.....
Jorge Ferrer Meli

.....
Profesor Guía: Luis Gaete Garretón

.....
Directora Yolanda Vargas Hernández

Índice de Contenidos.

INTRODUCCIÓN.	1
1.1 Introducción.	1
1.2 Agentes Bioactivos.	5
1.3 Conceptos de Secado.....	6
1.3.1 Condiciones Externas.....	9
1.3.2 Condiciones Internas.	10
1.3.3 Contenido de humedad en Sólidos.....	11
1.4 Secado de Frutas.....	12
1.4.1 Pérdidas.	13
1.4.2 Preservación.....	14
1.4.2.1 Preservación por secado.....	14
1.4.2.2 Preservación por Encapsulamiento.....	15
1.5 Principios de secado Spray.	16
1.5.1 Atomización.	17
1.6 Fundamentos de Microondas.	19
1.6.1 Ondas Electromagnéticas.....	19
1.6.2 Mecanismo de Calentamiento.	22
1.6.2.1 Conducción Iónica.....	23
1.6.2.2 Rotación Dipolar.....	24
1.6.3 Interacción del campo electromagnético con la materia.	26
1.6.4 Generación de Microondas.....	28
1.6.5 Sistema de microondas.	29
HIPÓTESIS Y OBJETIVOS.	32
2.1 Hipótesis.	32
2.2 Objetivos.....	32
2.2.1 Objetivo General.....	32
2.2.2 Objetivos Específicos.	32

MATERIALES Y MÉTODOS.	33
3.1 Introducción.	33
3.2 Muestra.	34
3.3 Sistema de secado ultrasónico.	34
3.3.1 Sistema de Control del Atomizador Ultrasónico.	34
3.3.2 Montaje Experimental.	35
3.4 Sistema de Secado asistido por Microondas y Vacío.	36
3.4.1 Construcción.	36
3.4.2 Sistema de Vacío.	37
3.4.3 Construcción Sistema de Aplicación de Microondas.	40
3.4.4 Montaje Experimental.	42
3.5 Método.	44
3.5.1 Producción de polvo de arándano por secado spray con atomización ultrasónica.	44
3.5.1.1 Preparación de la Muestra.	44
3.5.1.2 Protocolo Experimental.	46
3.5.1.3 Métodos de análisis.	48
3.5.2 Producción de arándano deshidratado por secado asistido por microondas y vacío.	49
3.5.2.1 Preparación de la Muestra.	49
3.5.2.2 Protocolo Experimental.	49
 ANÁLISIS Y RESULTADOS.	 52
4.1 Características Físicas de las muestras obtenidas.	52
4.2 Análisis Químicos de las Muestras.	54
4.3 Balance de Masa.	62
4.3.1 Balance de masa para el proceso de secado ultrasónico.	63

4.3.2 Balance de masa para el proceso de secado asistido por microondas y vacío.	65
4.4 Costo Energético.	66
4.5 Análisis Microscópico de las muestras.	68
CONCLUSIONES	73
5.1. Conclusiones.	73
BIOGRAFÍA	75
ANEXO	77

Índice de Tablas.

Tabla 1.1: Rango de tamaño de gotas y partículas en [μm] obtenidas en secadores spray.....17

Tabla 3.1: Formulación para las dos soluciones. Se presenta la cantidad de sólidos y líquido aportados por el jugo filtrado, maltodextrina y agua, en gramos.
.....44

Tabla 4.1: Valores obtenidos por HPLC para las muestra 1, 2,3 y 4, donde se representan los resultados en [mg] por cada [g] de producto obtenido, en el caso de los polifenoles totales y antocianinas, y en [μmol] por [g] de producto, en el caso de ORAC.....52

Tabla 4.2: Antocianinas identificadas en perfil HPLC para las muestras en estudio. Además se presenta el tiempo de retención para cada molécula identificada.
.....53-54

Tabla 4.3: balance de masa para la preparación de la solución 1. Donde la notación M_0 corresponde a masa inicial en cada etapa, S y L a la masa, en gramos, de sólidos y líquidos en cada etapa, respectivamente.....60

Tabla 4.4: balance de masa para la preparación de la solución 2. Donde la notación M_0 corresponde a masa inicial en cada etapa, S y L a la masa, en gramos, de sólidos y líquidos en cada etapa, respectivamente.....60

Tabla 4.5: balance de masa para el secado de las soluciones 1 y 2.....61

Tabla 4.6: Balance de masa para el secado asistido por microondas y vacío de 3 ensayos. Se representa la masa inicial y final con la notación M_o y M_f , respectivamente. El porcentaje de recuperación se presenta en la última columna. 62

Tabla 4.7: Factor de costo energético por gramo de producto obtenido. Se presenta las variables consideradas para el cálculo de este factor, tales como cantidad producida, tiempo de producción y potencia. 63

Tabla 4.8: Factor de costo energético para cada agente bioactivo. Se presenta en la parte izquierda de la tabla las concentraciones de agentes bioactivos para las muestras Polvo 2 y Fruto MWV. En la parte derecha de la tabla se presenta el factor de costo energético para producir cada agente bioactivo por cada método. El factor 1 y 2, corresponden al método de secado spray y, microondas y vacío, respectivamente. 64

Tabla 4.9: Tamaños de partículas para las muestras obtenidas para las muestras Polvo 1 y Polvo 2. 68

Índice de Figuras.

Figura 1.1: Espectro electromagnético. Se presentan dos escalas, una para rangos de frecuencias entre $1-10^{10}$ [MHz], y otra para longitudes de onda entre 10^3-10^{-7} [m]. Además se presentan los rangos de frecuencias para los casos de calentamiento dieléctrico y por microondas.....19

Figura 1.2: Representación esquemática de una onda electromagnética.19

Figura 3.1: Esquema de sistema de control del transductor (SCT). Se observa la etiqueta SCT, la que será utilizada en la figura 3.2, haciendo referencia a este sistema de control.33

Figura 3.2: Esquema del Sistema de secado con atomización asistida por ultrasonido, en el que se presenta el sistema de calefacción y cámara de secado, sistema de alimentación y el atomizador ultrasónico. La etiqueta SCT hace referencia al sistema de control descrito en la sección 3.3.1.34

Figura 3.3: Esquema de la cámara de vacío.36

Figura 3.4: Imagen de la cámara de vacío al interior del horno microondas.....37.

Figura 3.5: Esquema de los componentes eléctricos del sistema de control del magnetrón, entre los que se puede observar el microcontrolador PIC 16F873A,

Display alfanumérico, Relay actuando sobre el magnetrón. Las etiquetas 5V hacen referencia a la alimentación desde el regulador de voltaje, que es mostrado en la parte inferior de la imagen. Las tierras están referenciadas al regulador de voltaje.

.....40

Figura 3.6: Esquema del montaje experimental para el sistema de secado asistido por microondas y vacío, en el que se observa el sistema de control del magnetrón, la cámara de vacío, el sensor y el medidor de vacío.41

Figura 3.7: Imagen del montaje experimental para el sistema de secado asistido por microondas y vacío.41

Figura 4.1: Imagen del producto en polvo obtenido para el sistema de secado con atomizador ultrasonicos. (Izquierda) polvo con mayor concentración de maldextrina y menor concentración de sólidos aportados por el fruto. (Derecha) polvo con menor concentración de maltodextrina y mayor concentración de sólidos aportados por el fruto.49

Figura 4.2: Imagen de arándanos deshidratados por secado asistido por microondas y vacío. Se observa que el fruto conserva su forma y presenta brillo en la parte exterior debido a los azucares.50

Figura 4.3: Perfil HPLC para el fruto fresco.....51

Figura 4.4: Perfil HPLC para las muestras (b) Polvo 1, (c) Polvo 2, (d) Fruto MWV y (e) Polvo China.....52

Figura 4.5: Evolución de la temperatura en la cámara de vacío. Los datos corresponden al promedio de un ensayo triplicado, con masa inicial de 32.40,

32.72 y 33.10 [g]. Los rango de temperatura van desde 23 [°C] a 43 [°C], observando un fuerte incremento en los primeros minutos del proceso.57

Figura 4.6: Imágenes obtenidas por microscopio óptico para las muestras obtenidas en el laboratorio y comerciales. (a)(b) Polvo 1, (c)(d) Polvo 2, (e)(f) Polvo China y (g)(h) polvo Australia. Las imágenes de la izquierda y derecha han sido adquiridas con aumento 5X y 20X, respectivamente..... 65

Figura 4.7: Histograma para diámetros de partículas observadas Polvo 1, imágenes 19.a..... 67

Figura 4.8: Histograma para diámetros de partículas observadas Polvo 2, imágenes 19.c..... 67

Figura 4.9: (a) Imagen binaria del patrón utilizado. (b) Perfil de intensidad de la imagen (a) para 1 [mm]. 68

RESUMEN.

Este trabajo tiene como objetivo desarrollar un proceso de secado de frutas que conserve las propiedades del fruto fresco, en especial estamos interesados en las propiedades antioxidantes de frutos chilenos. La compañía mandante de esta investigación es la primera productora de arándanos en Chile y a esa fruta estuvo orientada la mayor parte de ésta investigación.

Bajo la hipótesis de que es posible conservar agentes bioactivos termolábiles al deshidratar con técnicas especiales Se realizan pruebas experimentales de secado empleando dos métodos distintos. El primero de ellos ha sido desarrollado recientemente en el Laboratorio de Ultrasonidos, de la Universidad de Santiago de Chile. Este dispositivo consiste en un sistema de secado spray, donde el sistema de atomización es ultrasónico. El producto obtenido para este sistema de secado es un producto en forma de polvo obtenido a partir de jugo filtrado de arándanos mezclado con maltodextrina, siendo éste último utilizado como agente encapsulante. El segundo sistema de secado consiste en un horno de microondas doméstico, que ha sido intervenido de forma tal que fuese posible aplicar vacío y microondas simultáneamente. Se obtiene un producto deshidratado que conserva la forma del fruto.

Los productos obtenidos, polvo de arándanos y arándano deshidratado, se han sometido a análisis químicos (HPLC) para determinar la concentración de polifenoles totales, antocianinas y actividad antioxidante (ORAC), siendo el arándano deshidratado el que preserva mayor cantidad y variedad de agentes bioactivos. Un resultado sorprendente ha sido la obtención en ciertos ensayos de una cantidad de antocianinas mayor que la total declarada para el fruto fresco. Este aspecto del problema abre la posibilidad de realizar una nueva investigación para aclarar el punto.

CAPITULO 1.

INTRODUCCIÓN.

1.1 Introducción.

El creciente interés a nivel mundial por buscar aportes a la salud Humana de los nutrientes, han centrado la atención en los flavonoides, ácidos fenólicos y antocianinas existentes en los productos alimenticios. Se atribuye a éstos componentes efectos preventivos contra el cáncer y enfermedades vasculares [1] [2], y gran potencial como antioxidante natural [1] [2]. Estos resultados han incentivado la incorporación de los productos recién mencionados en la industria alimentaria y farmacológica. Los flavonoides, ácidos fenólicos y antocianinas, se encuentran en vegetales, frutas y plantas, y son responsables de los tonos rojizos y azules en éstos. Algunas de las frutas en que se ha detectado estos agentes activos son: frambuesas, mora, granada, uva, fresas y arándanos, entre otros.

El arándano, en relación a otras frutas, contiene altos niveles de antioxidantes, entre 14-45.9 [$\mu\text{mol/g}$] [3], antocianinas, entre 120-208 [mg] por 100 [g] de fruta fresca [4], además de presentar 15 [mg] de dímeros y trímeros, y 55 [mg] de oligómeros, por cada 100 [g] de fruta fresca [5]. Estas características han transformado al arándano en uno de los productos alimenticios con mayor atención de la comunidad científica, farmacológica e industria alimentaria.

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

La industria alimentaria está interesada en el arándano por su intenso sabor, olor y color, además con los nuevos estudios de sus propiedades y beneficios, se ha agregado valor adicional al arándano y a los productos que lo contengan. Por otra parte, la industria farmacológica está interesada en la sintetización de sus agentes bioactivos.

Actualmente, la conservación del arándano es necesaria para su exportación y posterior comercialización, por lo que el producto se presenta en dos formas: como fruto fresco, exportado en pequeñas cantidades a medida que la cosecha progresa y, en menor medida, como fruto congelado. El inconveniente que se presenta es la exposición a temperatura y los tiempos de traslados. El tiempo de traslado de la fruta a los lugares de consumo, se estima entre 3 a 5 semanas antes de llegar a los mercados de destino[6], lo que afecta, no sólo al aspecto y conservación del arándano, sino también a sus contenido de agentes bioactivos, disminuyendo su calidad y cantidad.

Otro problema que se presenta es la no utilización total de la producción de arándano y lo que no se logra comercializar como fruto fresco o congelado, se considera una pérdida directa.

En Chile la exportación estimada de arándano en el periodo 2011-2012 fue de 70.100 [ton] de fruto fresco, de los que 29.000 [ton] se destinaron a la industria del congelado. La estimación para el periodo 2012-2013 es de 84.900 [ton] de

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

fruto fresco, un 21% mayor en relación al periodo anterior, de éstos 33.000 [ton] se destinarán a la industria del congelado. Se prevé un potencial de exportación de 105.800 [ton] para los próximos 5 periodos en relación al periodo 2011-2012 [6]. Los principales mercados de exportación de arándano fresco, durante el periodo 2009-2012, han sido: USA y Canadá, que representan el 80% de la exportación, Europa, que representa un 14% de la exportación, donde Holanda y Reino Unido son los mayores importadores de la región, y Asia, que representa un 3% de la exportación, donde China y Japón son los mayores importadores de la región [6]. En relación a la industria del congelado los principales importadores son USA, 39 %, Corea del Sur, 13%, y Australia, 12%, Canadá, 10%, y otros 26% [7]. Lo anterior posiciona a Chile como el segundo productor de arándano a nivel mundial y el primero en América del Sur [6][8], representando el 16% de la producción, versus USA con una producción equivalente al 53%, siendo el principal productor. Chile, en la actualidad, es el principal exportador de arándano fresco a nivel mundial, el que representa el 30.9% del mercado [7].

Este panorama que se ve auspicioso, presenta una amenaza por la aparición de la Lobesia Botrana, este insecto es una polilla que vive como huésped del fruto y lo destruye. La aparición de la Lobesia Botrana en Chile constituye una gran amenaza a nuestras exportaciones a los países desarrollados que suelen ser muy estrictos en la norma sanitaria de sus importaciones. Un escenario probable sería que simplemente no recibieran nuestros envíos de frutos frescos. Debido a estas razones la conservación de las propiedades del fruto en especímenes secos y o

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

polvo resulta crucial para mantener la industria. La inversión en el desarrollo de ésta tecnología se hace aún más importante debido a que la industria alimentaria, hoy en día, cumple un rol relevante a escala mundial y se ha visto enfrentado a múltiples problemas. Entre ellos podemos nombrar, el aumento de la población y la proyección de ésta, el déficit energético y el impacto en el medio ambiente, hacen necesario conseguir procesos más eficientes desde el punto energético, económico, social y medioambiental, por lo que se han desarrollado técnicas complementarias con este fin, y una de ellas es la aplicación de ultrasonidos. La aplicación de ultrasonidos en procesos, preservación y extracción muestra grandes ventajas, entre ellas, la disminución de los tiempos de extracción, la disminución en la temperatura de los solventes aplicados, aumento de concentración de agentes bioactivos [9]. Otros autores proponen una aplicación dirigida hacia el potencial para la modificación del material celular obteniendo una mejor disposición de micronutrientes, extracción simultánea y encapsulación, disminuir la degradación de bioactivos por enfriamiento de sonoquímica en sistemas acuosos [10]. Los métodos convencionales de extracción de agentes bioactivos contemplan la aplicación de disolventes específicos para cada proceso, agitación y calor. El principal inconveniente del método convencional es la aplicación de calor y el uso de solventes, lo que afecta la calidad y cantidad de los agentes bioactivos extraídos [11].

Un producto con potencial de exportación es el polvo de arándano, producto de interés para la industria alimentaria por su utilización como colorante y

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

saborizante natural, además los productos adquieren valor agregado por las propiedades que otorga el arándano. También existe un interés del mercado por el polvo de arándano como suplemento alimenticio. Actualmente, existen variados productores de polvo de arándano, los que obtienen su producto por métodos convencionales de secado [12], liofilización [13], pulverización [14] o atomización [15].

Actualmente, es posible encontrar polvo de arándanos fabricado en China, Corea del Sur, Australia, así como también en Chile. Además en Chile es posible encontrar productos a base de arándano agrio, maqui, murtilla, frambuesa, entre otros. Si bien, estos productos conservan de buena forma el aroma y color del fruto, y son una buena fuente de fibra, los niveles de agentes bioactivos o fitonutrientes son bajos, debido a la degradación por oxidación o aplicación de temperaturas altas en los procesos involucrados.

1.2 Agentes Bioactivos.

Las frutas, verduras, y otros productos de origen vegetal, son una excelente fuente de nutrientes, tales como vitaminas y minerales, esenciales en la dieta humana, pero también poseen compuestos bioactivos que son de gran beneficio para la salud, los que son denominados fitonutrientes o fitoquímicos. Éstos se pueden clasificar en cuatro grupos: sustancias nitrogenadas, azufradas, terpénicas y fenólicas.

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

Los compuestos fenólicos pueden ser clasificados a su vez en flavonoides, fenilpropanoides, estilbenoides y derivados del ácido benzaico. Los flavonoides son el grupo más ampliamente estudiado y se han identificado cerca de 5000 moléculas distintas, entre ellas, antocianinas, flavonoles y flavonas, flavanonas, chalconas y dihidrochalconas, e isoflavonas.

Estudios sobre los compuestos fenólicos han demostrado sus beneficios para la salud, tales como efectos preventivos contra el cáncer y enfermedades vasculares [1] [2], y gran potencial como antioxidante natural [1] [2].

Los compuestos fenólicos se encuentran en vegetales, frutas y plantas, y son responsables de los tonos rojizos y azules en éstos. Algunas de las frutas en que se han detectado estos agentes bioactivos son: frambuesas, mora, granada, uva, fresas y arándanos, entre otros.

En nuestro caso se cuantificará la calidad del proceso desarrollado, estableciendo para el producto obtenido, la cantidad de polifenoles totales, antocianinas y su actividad antioxidante (ORAC).

1.3 Conceptos de Secado.

El secado se describe comúnmente como un proceso térmico para remover

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

sustancias volátiles, por ejemplo, la humedad de un cuerpo, obteniendo un producto seco.

Cuando un sólido húmedo se somete a secado térmico, dos procesos ocurren simultáneamente:

1. Transferencia de energía en forma de calor, desde el medio ambiente hacia el interior desde la superficie húmeda.
2. La transferencia de la humedad interna a la superficie del sólido y su posterior evaporación debido al proceso 1.

La velocidad del secado depende de la rapidez con la que los procesos, 1 y 2, suceden. La transferencia de energía en forma de calor desde el medio circundante hacia el sólido húmedo puede ocurrir como el resultado de convección, conducción o radiación, y en algunos casos como combinación de éstas. Hay diferentes tipos y diseños de secadores industriales, dependiendo del método que emplean para transferir calor. En muchos casos el calor es transferido hacia la superficie del sólido húmedo y luego hacia su interior. Sin embargo, en secadores que utilizan campos de radio frecuencias o microondas, la energía aplicada genera calentamiento desde el interior del sólido húmedo hacia la superficie exterior.

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

El secado es una operación compleja que implica transiciones transitorias de calor y masa, junto con varios procesos, tales como cambios físicos o químicos, los que pueden cambiar las cualidades del producto. Los cambios físicos que pueden ocurrir incluyen, contracción, expansión, cristalización, y transiciones cristalinas. En algunos casos, reacciones químicas o bioquímicas, deseadas y no deseadas pueden ocurrir, que conducen a cambios de color, textura, aroma u otras propiedades del producto secado.

El secado ocurre por efecto de vaporización de líquido por aplicación de calor a un material húmedo. El calor puede ser aplicado por convección, conducción o radiación. Sobre el 85% de los secadores industriales son del tipo convectivo. Sobre el 99% de las aplicaciones involucran la remoción de agua. Todos los modos excepto el dieléctrico, microondas y RF, aplican calor en los contornos del material, así el calor debe difundirse hacia el interior del sólido por conducción. El líquido debe viajar hacia el contorno exterior del material antes de ser expulsado en forma de vapor.

El transporte de humedad dentro de los sólidos puede ocurrir por uno o más de los siguientes mecanismos de transferencia de masa: difusión de líquidos, difusión de vapor, difusión de Knudsen, entre otros. []

La remoción del agua en forma de vapor desde la superficie del material,

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

depende de las condiciones externas como la temperatura, humedad, flujo del aire, área de exposición y presión. El movimiento de la humedad desde el interior del material es función de las propiedades físicas de éste, temperatura y contenido de humedad.

1.3.1 Condiciones Externas.

En un proceso de secado las variables externas esenciales son la temperatura, humedad, velocidad y dirección del flujo de aire, la forma física del sólido y el método de carga del sólido durante la operación de secado. Las condiciones externas de secado son especialmente importantes durante la etapa inicial, cuando se remueve la humedad superficial no ligada. En ciertos casos, por ejemplo, en materiales como las cerámicas y maderas en los que ocurre una contracción considerable; una excesiva vaporización superficial después de que la humedad libre inicial ha sido removida establece un alto gradiente de humedad desde el interior hacia la superficie. Éste es responsable de causar secado y contracción excesiva y por consiguiente alta tensión en el interior del material, dando como resultado la formación de grietas y deformaciones. En estos casos la vaporización superficial debe ser retardada a través del empleo de una alta humedad relativa en el aire.

La superficie de vaporización es controlada por la difusión del vapor desde la superficie del sólido hacia la atmósfera circundante a través de una película

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

delgada de aire en contacto con la superficie. El secado involucra interfaces de transferencia de masa cuando un gas está en contacto con un líquido esencialmente insoluble, Para controlar el proceso, es necesario estar familiarizado con las características de equilibrio del sólido húmedo. También, la transferencia de masa es usualmente acompañada por la transferencia simultánea de calor.

1.3.2 Condiciones Internas.

Como un resultado de la transferencia de calor hacia un sólido húmedo, se desarrolla un gradiente de temperatura en el interior del sólido mientras ocurre la vaporización de la humedad desde la superficie. Esto produce una migración de humedad desde el interior del sólido hacia la superficie, la que ocurre a través de uno o más mecanismos, denominados, difusión, flujo capilar, presión interna producida por contracción durante el secado, y en el caso de conducción indirecta, a través de una repetitiva y progresiva vaporización y condensación de la humedad hacia la superficie expuesta. Una apreciación de este movimiento interno de humedad es importante cuando es el factor de control, de una operación de secado. Sobre todo si se desea llevar el producto a contenidos bajos de humedad final. Se produce un bajo contenido de humedad después que ésta alcanza un nivel crítico. El gradiente de temperatura creado en el sólido también creará un gradiente de presión de vapor, que a su vez da lugar a la difusión de vapor de humedad a la superficie; esto ocurrirá simultáneamente con el movimiento de la humedad.

1.3.3 Contenido de humedad en Sólidos.

La humedad contenida en un sólido húmedo o solución líquida ejerce una presión de vapor, dependiendo de la naturaleza de la humedad, de la naturaleza del sólido y la temperatura. Un sólido húmedo expuesto a aplicación continua de gas fresco perderá humedad hasta que la presión de vapor en el sólido sea igual a la presión de vapor parcial en el gas. Entonces se dice que el sólido y el gas están en *equilibrio*, y el contenido de humedad del sólido es llamado *contenido de humedad de equilibrio*. Además, la exposición a este aire durante periodos indefinidamente largos no provocara ninguna pérdida adicional de humedad. El contenido de humedad en el sólido podría ser reducido por exposición a aire con menor humedad relativa. Los sólidos pueden ser clasificados como sigue:

Medios No Higroscópicos porosos, tales como la arena, minerales molidos, cristales no higroscópicos, polímeros, y algunas cerámicas. Los criterios de definición son los siguientes: Hay un espacio poroso claramente reconocible; el espacio poroso está lleno con líquido si el medio está completamente saturado y está lleno con aire cuando el medio está completamente seco. La cantidad de humedad es insignificante. El medio no se deforma durante el secado.

Medios Higroscópicos porosos, porosos capilares (micro poros y macro poros, incluye medios bidispersos tales como la arcilla, tamices moleculares, madera y

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

textiles) y en medios estrictamente higroscópicos. Los criterios de definición son los siguientes: tiene un espacio poroso claramente reconocible inmerso en una gran cantidad de líquido continuo y homogéneo. En éstos medios, ocurren deformaciones a menudo en la etapa inicial de secado.

Medio Coloidal, tales como la sopa, sangre, algunos polímeros (nylon), y varios productos alimenticios. Los criterios de definición son los siguientes: no hay espacios porosos, la vaporización solo puede tomar lugar en la superficie. Los sólidos existentes están inmersos en una gran cantidad de líquido continuo.

1.4 Secado de Frutas.

Las frutas son productos vegetales con sabores aromáticos, dulces naturalmente, además de aportar sabor y variedad a la dieta humana, ellos sirven como importante e indispensable fuente de vitaminas y minerales, aunque no son una buena fuente de proteínas y grasas.

Los carbohidratos forman el segundo nutriente más abundante en las frutas, y están presentes como azúcares de bajo peso molecular o polímeros de alto peso molecular como el almidón.

Las frutas y verduras han ganado importancia comercial y su crecimiento a escala ha llegado ser un importante sector en la industria agrícola. Recientes

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

desarrollos en la tecnología agrícola han incrementado sustancialmente la producción mundial de fruta y verduras.

1.4.1 Pérdidas.

Muchas frutas contienen más de un 80% de agua y son, por lo tanto, altamente perecibles. Las pérdidas se estiman entre 30-40% en países tropicales y subtropicales, debido a la manipulación inadecuada, transporte y almacenamiento. A parte de las pérdidas físicas y económicas, serias pérdidas ocurren en la disponibilidad de nutrientes esenciales, como, por ejemplo, pérdidas en vitaminas, minerales, y fitonutrientes, como los compuestos fenólicos.

La necesidad de reducir las pérdidas posteriores a la cosecha es un parámetro importante para países desarrollados, con la intención de incrementar la disponibilidad de alimentos, especialmente en el presente contexto cuando las limitaciones a la producción de alimentos se están continuamente incrementando debido a la escases de suelo fértil, agua y energía.

Se está incrementando la producción de más y mejores alimentos, pero por sí solo no es suficiente y debe ir de la mano de las técnicas de conservación para minimizar las pérdidas, esto aumenta los suministros y la disponibilidad de nutrientes y fitonutrientes de éstos

1.4.2 Preservación.

Uno de los objetivos principales del procesamiento o preservación de los alimentos es convertir alimentos perecederos, tales como las frutas y verduras, en productos estables que puedan ser almacenados por periodos extensos de tiempo para disponer de ellos. El procesamiento de éstos extiende la disponibilidad de los alimentos de temporada, preserva sus nutrientes, da valor estético, y agrega variedad en la dieta humana.

Distintos procesos tecnológicos han sido empleados a escala industrial para conservar frutas y vegetales; entre los más importantes son el enlatado, congelado, y deshidratado. Éstos ofrecen una alta eficiencia y preservación.

1.4.2.1 Preservación por secado.

La técnica de deshidratación es probablemente el método de conservación de alimentos más antiguo practicado por la Humanidad. La eliminación de humedad previene el crecimiento y desarrollo de microorganismos que causan el deterioro de los alimentos. Además disminuye sustancialmente el peso y volumen, optimizando el embalaje, facilitando el almacenamiento a temperatura ambiente, disminuyendo el costo de transporte.

El fuerte incremento en el costo energético ha promovido un alto interés en el

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

secado a nivel mundial en las últimas décadas. Los avances en las técnicas y desarrollo de nuevos métodos de secado se han hecho disponibles para una amplia gama de productos deshidratados, como frutas y verduras, con propiedades que no podrían haber sido preservadas sin un proceso de secado. El crecimiento de las comidas rápidas ha impulsado la necesidad de estos productos. Debido al cambio en el estilo de vida, especialmente en países desarrollados, hay una gran demanda por una amplia variedad de productos secos con énfasis en la calidad y variedad, además de la comodidad.

1.4.2.2 Preservación por Encapsulamiento.

La microencapsulación es definida como un proceso por el que un material o una mezcla de materiales están recubiertos o atrapados en el interior de otro. Este proceso es comúnmente utilizado para proteger de la degradación el material contenido en el interior, para controlar la liberación de algún material, o para separar componentes reactivos dentro de una formulación.

En la industria alimentaria, el secado spray es el método más utilizado, económico, rápido y produce buena calidad de productos. Ha llegado a ser el medio más común de encapsulación. El proceso de encapsulación es simple y similar al proceso de secado spray de una etapa. El material recubierto es llamado material activo, y el material que recubre el material activo es llamado cáscara, pared o encapsulador. El material activo es encapsulado y dispersado en un

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

hidrocoloide, por ejemplo, gelatina, almidón modificado, dextrina o maltodextrina, o goma arábica. Después que el encapsulador es agregado, la mezcla debe ser homogeneizada para formar una solución, y luego es alimentado el atomizador para el proceso de secado. En la cámara de secado, la fase acuosa es secada y el material activo es atrapado como partícula en el interior del hidrocoloide. Los principales factores de control son la temperatura, humedad y presión. La técnica de microencapsulación no está limitada a la industria alimentaria, también es usada en la farmacología e industria química.

1.5 Principios de secado Spray.

El secado spray es un proceso de generación de partículas en suspensión, técnica que utiliza líquido atomizado para crear gotitas que son secadas individualmente cuando éstas están inmersas en un medio gaseoso caliente, usualmente aire. Éste ha llegado a ser uno de los métodos más importantes para el secado de alimentos en el mundo occidental. El desarrollo del proceso ha sido íntimamente asociado con la industria de los lácteos y la demanda de leche en polvo.

El proceso de secado spray opera de la siguiente forma: el líquido es bombeado desde un estanque de almacenamiento hacia el dispositivo de atomización, tal como un disco de atomización rotatorio, boquilla de presión, boquilla neumática o atomizador ultrasónico, el que usualmente es montado en la

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

parte superior de la cámara de secado. El aire para el secado es extraído desde el medio ambiente a través de un filtro por un extractor de aire y es pasado a través de un calefactor, por ejemplo, un horno de aceite, calefactor eléctrico, calefactor de vapor, etc., hacia un distribuidor de aire. Una vez producidas las gotitas, éstas se encuentran en contracorriente o a favor con el gas caliente produciéndose la evaporización del líquido que contienen. Después del secado de las gotitas en la cámara, mayoritariamente, el producto seco cae hacia la parte inferior de ésta. Luego, las partículas pasan a través de un ciclón, siendo separadas las secas del aire. Las partículas dejan el ciclón, siendo colectadas en la parte inferior de éste, y luego empaquetadas. Las partículas finas permanecerán en el aire y luego pasan a través de un filtro de mangas para ser depuradas. El aire pasa desde el depurador hacia el medio ambiente a través de un ventilador de escape o extractor. El sistema de control del proceso puede componerse de indicador de temperatura del aire de entrada y salida, el voltaje y corriente de los motores, etc. El control automático a menudo es usado para mantener tanto la temperatura de entrada, mediante la alteración de los parámetros del calefactor (presión de vapor, cantidad del aceite del calefactor, potencia eléctrica etc.), como la temperatura de salida ajustando la cantidad de alimentación bombeada hacia el atomizador.

1.5.1 Atomización.

La atomización es la operación más importante en el proceso de secado spray. El tipo de atomizador no solo determina la energía requerida para formar el

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

spray, sino también la distribución del tamaño, la trayectoria y velocidad de las gotitas y muchas de sus propiedades rehológicas.

Hay tres tipos de atomizadores generalmente usados. Los más comunes son el atomizador de disco rotatorio y los de boquilla a presión de fluido único. Las boquillas neumáticas de dos fluidos son usadas raramente en aplicaciones muy especiales. Existen sistemas de secado spray que proveen varias formas de producto seco, formas finas de polvo granulado. El rango típico de tamaño de partículas de varios productos se muestra en la tabla 1.

Tabla1.2: Rango de tamaño de gotas y partículas en [μm] obtenidas en secadores spray.

Tipo de Atomizador.	Disco rotatorio	1-600
	Boquilla a presión	10-800
	Boquilla Neumática	5-300
	Boquilla Sónica	5-1000
Productos.	Leche	30-250
	Café	80-400
	Pigmentos	10-200
	Cerámicas	30-200
	Farmacéutica	5-50
	Química	10-1000

1.6 Fundamentos de Microondas.

1.6.1 Ondas Electromagnéticas.

Uno de los sistemas de secado utilizados en el estudio es un horno de microondas de uso doméstico, en el que se ha intervenido el generador de microondas, en este caso un magnetrón, controlando los tiempos de exposición del fruto a la radiación electromagnética de microondas. Por lo tanto, es necesario explicar algunos fenómenos, tales como la interacción de la materia en presencia de campos electromagnéticos y los efectos de esta interacción, como los mecanismos de calentamiento.

Estamos rodeados por ondas electromagnéticas todo el tiempo. Luz, Rayos-X, TV, ondas de radio AM y FM, ultravioleta, infrarrojo, y microondas son algunas de las manifestaciones más comunes de estas ondas. Todos los cuerpos en el universo, que posee una temperatura mayor al cero absoluto, emiten radiación electromagnética de algún tipo. El espectro electromagnético se muestra en la figura 1.1.

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

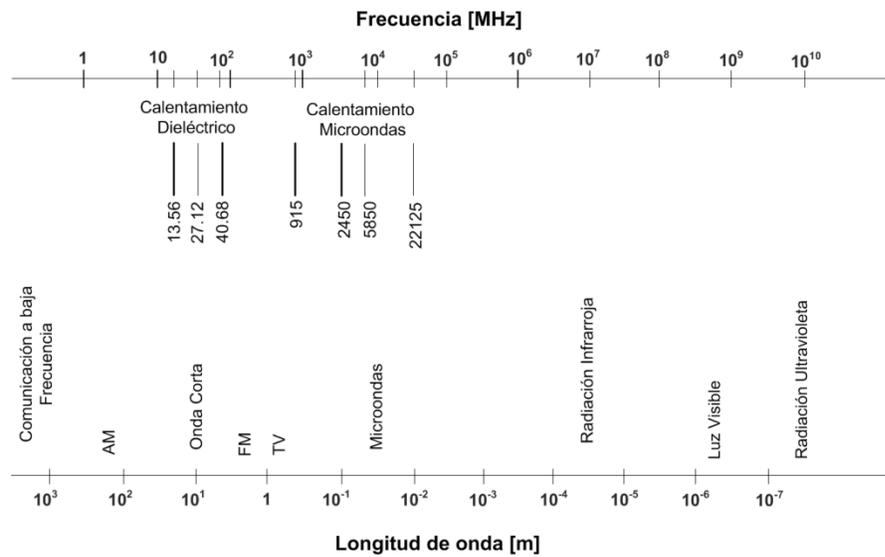


Figura 1.1: Espectro electromagnético. Se presentan dos escalas, una para rangos de frecuencias entre $1-10^{10}$ [MHz], y otra para longitudes de onda entre 10^3-10^{-7} [m]. Además se presentan los rangos de frecuencias para los casos de calentamiento dieléctrico y por microondas.

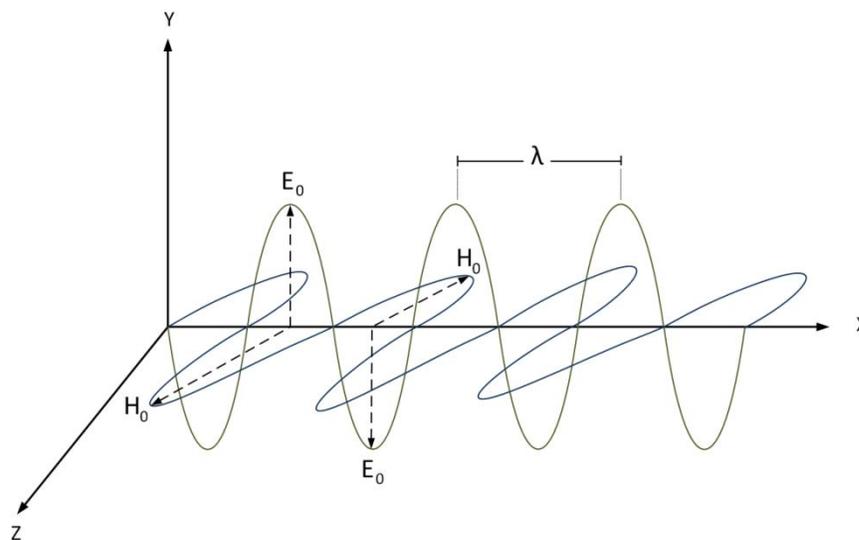


Figura 1.2: Representación esquemática de una onda electromagnética.

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

Todas las ondas electromagnéticas son caracterizadas por su longitud de onda y frecuencia, como se ilustra en la figura 1.2, donde se muestra esquemáticamente una onda electromagnética monocromática. Se observa de la ilustración que la onda electromagnética representada es una combinación de la componente E del campo eléctrico y la componente H del campo magnético, las que son perpendiculares entre si y perpendiculares a la dirección de propagación. Además podemos observar que la intensidad del campo electromagnético en cualquier punto puede ser representado por una función seno o coseno. Además esta radiación es polarizada linealmente, el campo eléctrico y magnético se encuentran en fase.

La velocidad de propagación de una onda electromagnética a través de un medio V_p puede ser expresada en función de la velocidad de la luz C y la constante dieléctrica del medio de propagación ϵ' .

$$V_p = \frac{C}{\sqrt{\epsilon'}}$$

Además podemos representar la frecuencia de una onda electromagnética f en función de la velocidad de propagación V_p y la longitud de onda λ .

$$f = \frac{V_p}{\lambda}$$

Note que como una onda electromagnética viaja a través de un medio, la

frecuencia permanece igual, por lo tanto, la longitud de onda debe cambiar, y esto afecta la profundidad de penetración de la onda electromagnética en el medio.

Si examinamos más a fondo la figura 1.2, podemos observar que una onda electromagnética es una onda de energía y que cambia su contenido energético y amplitud a medida que viaja a través de un medio. Por ejemplo, si observamos la componente E del campo eléctrico, vemos que en algún punto éste es cero, en otro presenta un valor máximo, y nuevamente decae a cero, observando un nuevo máximo, pero con polarización opuesta. Lo mismo podemos observar para la componente H del campo magnético. La amplitud de la onda en cualquier punto en la dirección de propagación representa la intensidad del campo eléctrico o magnético, los que son medidos en volt [V] o ampere [A] por unidad de distancia [m], [V/m] y [A/m], respectivamente. Este periódico cambio de la polarización de la onda causa una agitación en los átomos, iones y moléculas, la que es convertida en calor. Para campos de mayor intensidad, mayor será el efecto.

1.6.2 Mecanismo de Calentamiento.

Un factor que se debe tener en cuenta es que las microondas no son una forma de calor, sino más bien una forma de energía, que como efecto, debido a la interacción con la materia, se manifiestan como calor. Existen muchos mecanismos para esta conversión de energía, como por ejemplo: conducción iónica, rotación dipolar, histéresis Ferroeléctrica, Electroestricción,

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

piezoelectricidad, resonancia magnética nuclear, resonancia ferromagnética, resonancia ferrimagnética [3]

En esta memoria, nos restringiremos a exponer los mecanismos de conducción iónica y rotación dipolar, debido al interés de éstos fenómenos en procesos de calentamiento por microondas.

1.6.2.1 Conducción Iónica.

Puesto que los iones son unidades cargadas eléctricamente, éstas experimentaran aceleración bajo la presencia de un campo eléctrico. En una solución de agua con sal, tendremos iones de Sodio, Cloruro, Hidronio e Hidroxilo, los que se moverán en dirección opuesta a su propia polaridad por efecto de la aplicación de un campo eléctrico. Al hacerlo, colisionaran con las moléculas de agua, cambiando su energía cinética, causando que ellas aceleren y vuelvan a colisionar con otras moléculas de agua. Puesto que esto sucede millones de veces por segundo, un gran número de colisiones y transferencias de energía ocurren. Por lo tanto, hay dos pasos para la conversión de energía: primero, la energía del campo eléctrico es convertida en energía cinética ordenada, la que a su vez se convierte en energía cinética desordenada, la que en algún punto puede ser considerada como calor. Este tipo de calentamiento no depende, en gran medida, de la temperatura o de la frecuencia. La potencia desarrollada por unidad de volumen a través de la conducción iónica se puede expresar como:

$$P_v = E^2 q n \mu$$

Donde q es la cantidad de carga de cada ion, n es la densidad iónica, número de iones por unidad de volumen, μ es el nivel de movilidad del ion.

1.6.2.2 Rotación Dipolar.

Muchas moléculas, tal como el agua, son dipolos naturales. Ellos poseen una carga central asimétrica. Otras moléculas pueden llegar a ser dipolos inducidos, debido al estrés causado por la aplicación de un campo eléctrico, Los dipolos son afectados por el rápido cambio de la polaridad de un campo eléctrico. Aunque ellos son orientados aleatoriamente, el campo eléctrico intenta jalar de ellos, alineándolos. Sin embargo, como el campo eléctrico decae a cero, los dipolos retornan a su orientación original, una vez que el campo eléctrico cambia su polaridad, los dipolos vuelven a ser jalados en sentido contrario.

La fórmula para la potencia de la rotación de dipolo es

$$P_v = kE^2 f \varepsilon' \tan \delta$$

ó

$$P_v = kE^2 f \varepsilon''$$

Donde k depende de las unidades utilizadas, E es la intensidad del campo

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

eléctrico, en [V/m], f es la frecuencia, ϵ' es la constante dieléctrica relativa, o permitividad relativa del medio, $\tan\delta$ es la tangente de pérdida o factor de disipación, y ϵ'' es el factor de pérdida.

La permitividad relativa expresa el grado con el que el campo eléctrico puede acumularse dentro del material cuando un campo eléctrico es aplicado. La tangente de pérdida puede ser interpretada como una medida de cuánto del campo eléctrico será convertido en calor.

El campo eléctrico E y la frecuencia f dependerán del equipo utilizado, mientras que ϵ' , ϵ'' , y $\tan\delta$ son factores relacionados con el material que es calentado. Otro importante punto es que como la frecuencia f es cambiada, es necesario incrementar la intensidad del campo eléctrico, con el fin de mantener la potencia P_v .

Las sucesivas transiciones de la polarización del campo eléctrico ocurren a una frecuencia millones de veces por segundo, causando sucesivas alineaciones y relajaciones de los dipolos. Esto causa una conversión de energía desde el campo eléctrico en energía potencial almacenada en el material y luego en energía cinética o térmica. El tiempo de acumulación y decaimiento es conocido como "frecuencia de relajación" y depende de la temperatura y tamaño de la molécula. Para pequeñas moléculas, como el agua o monómeros, la frecuencia de relajación es mucho mayor que la frecuencia de las microondas, y puede llegar a ser mucho

mayor si aumenta la temperatura, causando una disminución en la conversión de energía. Por otra parte, moléculas largas, como polímeros, tienen una frecuencia de relajación mucho menor que la frecuencia de ondas de microondas, a temperatura ambiente, pero aumenta a medida que la temperatura se eleva, resultando una mejor conversión de energía. Esto puede conducir hacia un calentamiento desenfrenado en materiales que son transparentes a campos de microondas. Esto debe ser considerado sobre el hecho de que los líquidos, tales como agua y monómeros, tienen mejor absorbanza de energía de microondas que los polímeros. En aplicaciones de secado, líquidos que deseen ser removidos y no existen polímeros como azúcares o grasas, las que en presencia de microondas alcanzan altas temperaturas en relación al agua, es posible ejecutar un proceso de secado a baja temperatura. En efecto, es posible secar materiales como alimentos y medicinas a temperaturas mucho menores que en procesos de secado convencionales.

1.6.3 Interacción del campo electromagnético con la materia.

Podemos dividir los materiales y la forma en que ellos interactúan con el campo electromagnético en cuatro categorías: conductores, aislantes, dieléctricos y componentes magnéticos.

Conductores: Materiales con electrones libres, tales como los metales, son materiales que reflejan ondas electromagnéticas. Estos materiales son usados

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

para contener y direccionar ondas electromagnéticas, por ejemplo, guías de ondas.

Aislantes: Eléctricamente no conductores, tales como el vidrio, cerámicas, y aire, los que reflejan y absorben ondas electromagnéticas en cantidades despreciables. Ellos son, por lo tanto, usados para soportar o contener materiales que serán calentados por campos electromagnéticos y podrían tomar la forma de contenedores, soportes, bandejas, platos, entre otras formas. Estos materiales también pueden ser considerados “dieléctricos sin pérdida”.

Dieléctricos: Estos son materiales con propiedades que van desde el rango como conductores hasta aislantes. Hay dentro de estos un grupo de materiales conocidos como “dieléctricos con pérdida”, y este grupo absorbe energía electromagnética y la convierte en calor. Por ejemplo, agua, aceites, madera, alimentos, y otros materiales que contengan humedad, y similares.

Las propiedades que determinan si un material podría ser capaz de calentarse por la aplicación de un campo electromagnético de microondas son las propiedades dieléctricas: permitividad relativa ϵ' , tangente de pérdida $\tan\delta$, y el factor de pérdida ϵ'' .

En notación compleja de la constante dieléctrica ϵ podría ser expresada como

$$\varepsilon = \varepsilon' + j\varepsilon''$$

Donde $j = \sqrt{-1}$, el que indica un desplazamiento de la fase en 90° entre parte real ε' y la parte imaginaria ε'' de la constante dieléctrica. La tangente de pérdida $\tan\delta$ es definida como la razón de los módulos de la parte imaginaria y la parte real de la expresión anterior.

$$\tan\delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$

Estos factores son afectados por varios parámetros, tales como: contenido de humedad, densidad, temperatura, frecuencia de las ondas electromagnéticas, conductividad del material, conductividad térmica, calor específico y profundidad de penetración.

1.6.4 Generación de Microondas.

La función básica del generador es convertir la corriente alterna de 50 o 60 [Hz] a frecuencias más altas. Los medios para hacer esto son muy diferentes según sea el rango de frecuencia. Un sistema de microondas opera en un rango de frecuencia nominal es comprendida entre 915-2450 [MHz].

Un generador de microondas consiste en una fuente de alimentación de corriente alterna y un tubo, ya sea un magnetrón o un klystron. Estos tubos son

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

dispositivos de potencia de salida constante, y la energía de carga puede ser controlada mediante los requisitos de carga y el control de la potencia de entrada.

1.6.5 Sistema de microondas.

Después de la generación de microondas, por medio de un magnetrón, la energía debe ser transportada para la aplicación. Esto usualmente se logra por medio de guías de ondas, aunque cables coaxiales también son usados para potencias menores.

Las guías de ondas comúnmente son rectángulos huecos conductores, usualmente fabricados de latón o aluminio. Sus dimensiones interiores se eligen cuidadosamente para controlar la naturaleza del campo de microondas presente en el aplicador. Los aplicadores son de distinto tipo y son siempre construidos de metal.

Las guías de onda en sí mismas pueden ser usadas como aplicadores. Como el campo eléctrico puede ser máximo en el centro de una guía de onda, es posible pasar un material a través de esta intensidad de campo para obtener un calentamiento muy eficiente.

Los aplicadores también son conocidos como guías de onda tipo ranura, pliegue o serpentín. Una ranura es cortada dentro de los lados angostos de la guía de onda, y distintas guías de ondas son unidas. Una hoja fina de algún material,

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

tal como papel o tela, puede ser pasada a través de una ranura. La energía de microondas hace varias pasadas a través de la carga, calentando a medida que viaja. Estos son sistemas altamente efectivos, aunque ellos pueden causar algún nivel de secado no uniforme.

Los aplicadores de cavidad son una clase muy grande, pero son probablemente los tipos más comunes. El horno de microondas doméstico es un típico ejemplo. Ellos consisten en una caja metálica, la que puede ser usada para un sistema de cinta transportadora u operaciones batch. La energía de microondas puede ser acoplada dentro de un aplicador como guía de onda o cable coaxial a través de uno o múltiples portadores. Hay un sistema industrial en el que se colocan 100 magnetrones introducidos separadamente dentro de la cavidad. En este tipo de aplicación, la carga usualmente representa solo una pequeña fracción del volumen del aplicador y es sometido al campo de microondas reflejado desde los lados del aplicador y pasando a través de éste desde todos lados. Esto causa un calentador de tres dimensiones efectivo que es único y de gran uso.

Un gran problema con los aplicadores de cavidad es conseguir una uniformidad del campo eléctrico de microondas sobre la carga. Para asegurar un calentamiento uniforme, un número de pasos se pueden tomar, usualmente en combinación: moviendo o rotando la carga por medio de una cinta transportadora; proporcionando mezcladores, los que a menudo se asemejan a ventiladores que giran lentamente, causando scattering de la energía, al incidir las microondas en

CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN.

las aspas, incrementando el número de modos en el horno; usando múltiples entradas para la energía de microondas; usando múltiples fuentes de microondas con pequeñas diferencias en la frecuencia que causa diferentes patrones, y eligiendo las dimensiones de la cavidad para soportar el máximo número de modos, llamado cavidad resonante multimodal.

Capítulo 2.

HIPÓTESIS Y OBJETIVOS.

2.1 Hipótesis.

Es posible conservar agentes bioactivos termolábiles al deshidratar un tipo de alimento frutícola en procesos de secado.

2.2 Objetivos.

2.2.1 Objetivo General.

Obtener un proceso de secado de frutas que conserve las propiedades del fruto fresco.

2.2.2 Objetivos Específicos.

Construir y caracterizar sistema de secado asistido por microondas y vacío.

Caracterizar productos obtenidos en los procesos de secado.

Cuantificar polifenoles totales, antocianinas y ORAC, para muestras de polvo de arándanos y arándano deshidratado fabricados en el Laboratorio de Ultrasonidos de la Universidad de Santiago de Chile.

Capítulo 3.

MATERIALES Y MÉTODOS.

3.1 Introducción.

Se realiza la comparación de dos sistemas de secado para la obtención de un producto de arándano, uno de ellos en forma de polvo y otro como fruto deshidratado conservando su forma. Para ello se ha utilizado un sistema de secado spray ultrasónico, desarrollado en el Laboratorio de Ultrasonidos de la Universidad de Santiago de Chile. Éste consta de tres partes: sistema de calefacción y cámara de secado como un conjunto; sistema de alimentación del líquido a secar; y por último, el sistema de atomización. Este es el primer sistema de secado utilizado (secado spray). El segundo sistema de secado es un sistema asistido por microondas y vacío, aplicados simultáneamente. Para ello ha sido necesaria la construcción de la cámara secado acoplándola a una red de vacío, y un sistema de control electrónico para gobernar la aplicación de microondas.

3.2 Muestra.

La muestra utilizada corresponde a arándano congelado de la temporada de cosecha 2013 de la zona sur de Chile, aportada por la empresa Exportadora e Importadora LLF.

3.3 Sistema de secado ultrasónico.

3.3.1 Sistema de Control del Atomizador Ultrasónico.

Como hemos descrito en el capítulo 1, la atomización es la parte más importante del proceso de secado spray. En nuestro caso, el atomizador es ultrasónico. Debido a distintas situaciones la frecuencia de resonancia del transductor cambia, dejando de atomizar, provocando, generalmente, la obtención de un producto de baja calidad. La situación descrita, entre otras, puede ser generada debido al cambio de impedancia producido por el aumento de la temperatura en el transductor, disminuyendo la amplitud de desplazamiento del amplificador mecánico, acumulándose materia en la superficie radiante, lo que contribuye, a la misma vez que el cambio de temperatura, al cambio de impedancia. Su control implica un complejo proceso, que involucra variables de control como la impedancia, corriente y potencia en el atomizador, entre otras. Las variables son controladas por medio de un sistema de control desarrollado en el

Laboratorio de Ultrasonidos de la Universidad de Santiago de Chile que permite el funcionamiento óptimo del atomizador (Ver Figura 3.1).

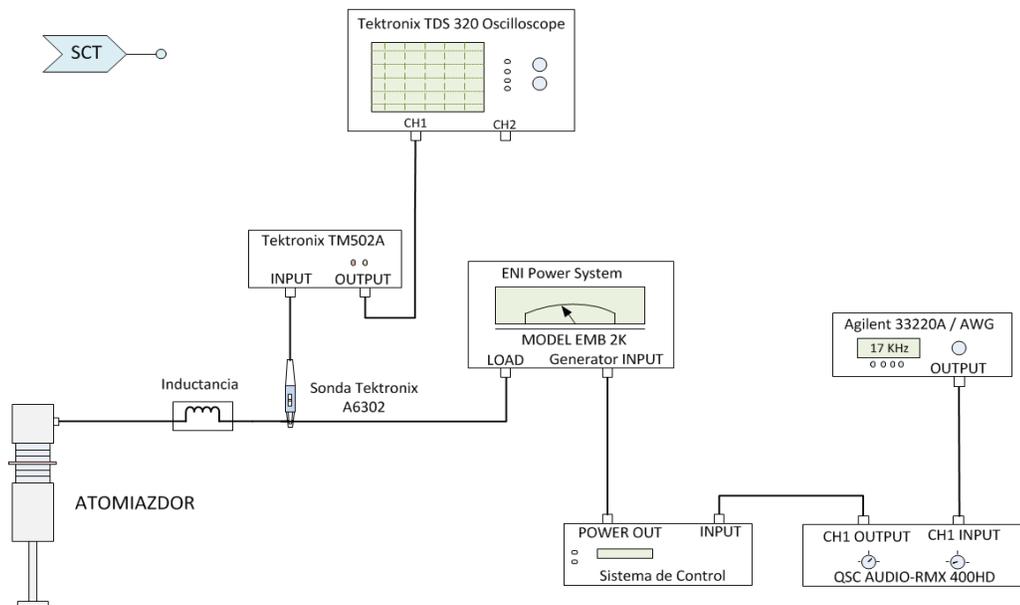


Figura 3.1: Esquema de sistema de control del transductor (SCT). Se observa la etiqueta SCT, la que será utilizada en la figura 3.2, haciendo referencia a este sistema de control.

3.3.2 Montaje Experimental.

El secado spray en su conjunto presenta, desde el punto de vista operacional, una alta complejidad, por lo que ha sido necesaria la colaboración del personal pertinente para su ejecución y las medidas de seguridad que se requiere, especialmente por las altas temperaturas que conlleva el proceso.

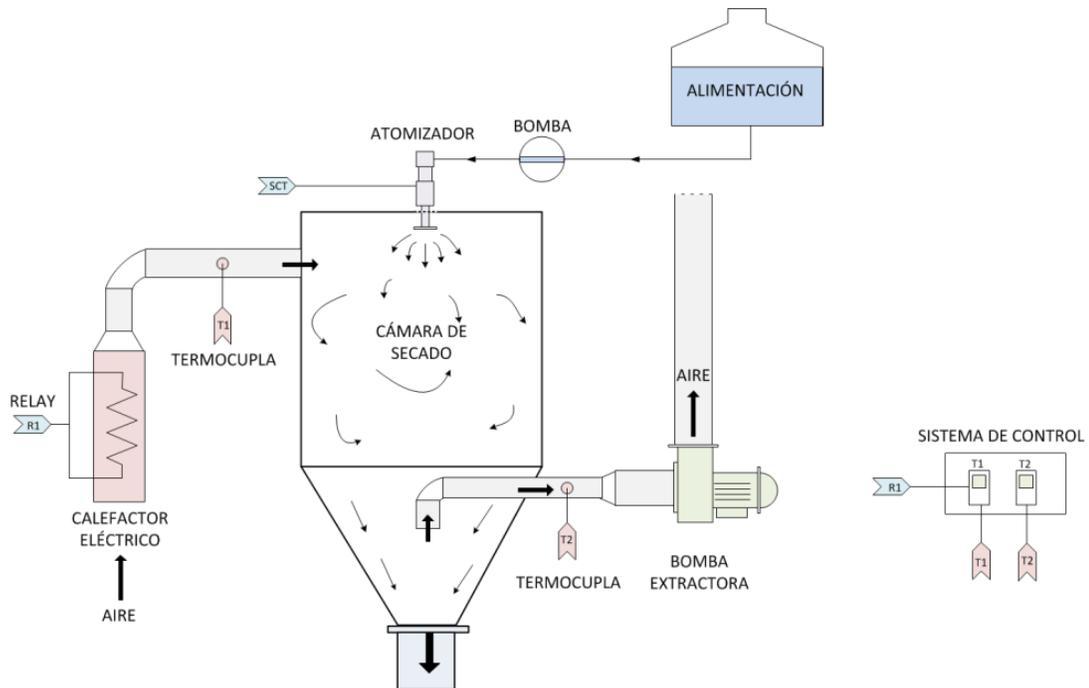


Figura 3.2: Esquema del Sistema de secado con atomización asistida por ultrasonido, en el que se presenta el sistema de calefacción y cámara de secado, sistema de alimentación y el atomizador ultrasónico. La etiqueta SCT hace referencia al sistema de control descrito en la sección 3.3.1.

3.4 Sistema de Secado asistido por Microondas y Vacío.

3.4.1 Construcción.

Para el sistema de secado asistido por microondas y vacío ha sido necesario el diseño y la construcción de éste a escala experimental, adaptando un horno de microondas de uso doméstico. La distintas etapas que lo constituyen se

describirán de la siguiente forma: un sistema de vacío, el que considera la generación de vacío por medio de una bomba, una cámara y la red que conecta el sistema; un sistema de medición de vacío acoplado a la bomba; y un sistema de generación de microondas, con su sistema de control especialmente diseñado y construido.

3.4.2 Sistema de Vacío.

El sistema de vacío comprende una bomba, una cámara de vacío, una red que conecta la bomba con la cámara y un sistema de medición. La bomba de vacío utilizada es del tipo rotatoria de paletas, Leybold-Heraues D2A.

En relación a la cámara de vacío, el material y las dimensiones son cruciales para el montaje. El material debe permitir la transmisión de las ondas de microondas facilitando el aumento de la temperatura en el interior de la cámara y en combinación con la aplicación de vacío, la vaporización del contenido de agua en la fruta. Las dimensiones, requieren de un diseño que contemplen una boquilla del largo y rigidez suficiente para realizar la conexión de la cámara de vacío a la red en el exterior del microondas. Por ejemplo, si la boquilla fuese de un material que pierde rigidez a medida que aumenta la temperatura en el interior del microondas, ésta se obstruiría por efecto del vacío, afectando la extracción de

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

humedad desde el interior de la cámara de vacío. Tanto las exigencias del uso de vacío, como las del uso de microondas, en su combinación, restringen fuertemente el uso de materiales en el interior del microondas.

Después de realizar diversas pruebas de materiales y configuraciones, se utilizar un cilindro de pyrex de 0.5 [mm] de espesor, de diámetro interno de 50 [mm] y de largo de 75 [mm] La parte superior del cilindro posee una boquilla del mismo materia de forma cilíndrica y de largo de 200 [mm], formando la parte exterior de la cámara de vacío. Ésta no posee cara la inferior, permitiendo introducir un vaso de pyrex de menor diámetro. Debido a las exigencias de hermeticidad por el uso de vacío y temperatura, se utiliza un sello de silicona de alta temperatura en forma de anillo (ver figura 3.3 y 3.4).

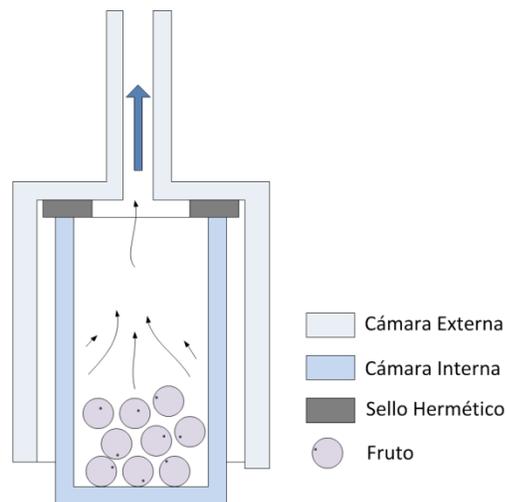


Figura 3.3: Esquema de la cámara de vacío.

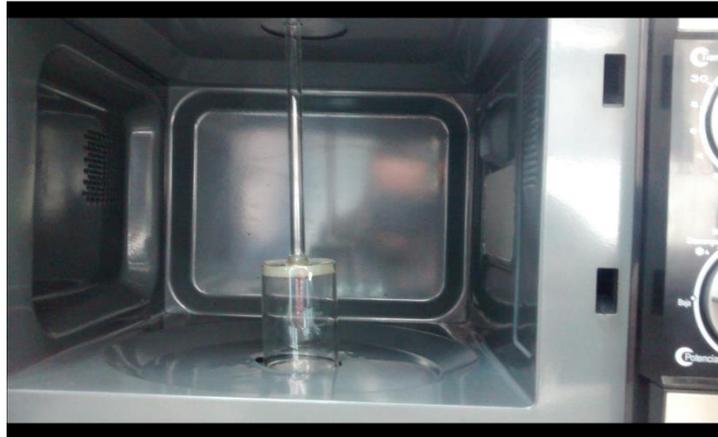


Figura 3.4: Imagen de la cámara de vacío al interior del horno microondas.

La red hace referencia de la conectividad entre la bomba y cámara de vacío, y está formada por 3 secciones: una sección de manguera reforzada entre la bomba y el condensador de vapor, que tiene como función atrapar la mayor cantidad de humedad extraída desde la cámara de vacío, ya que la bomba está restringida para niveles de humedad inferiores a los que se obtienen en el proceso; tercero, una sección de manguera reforzada entre el condensador y la boquilla de la cámara de vacío (ver figura 3.6).

El nivel de vacío en el sistema es medido utilizando un sensor conectado a una de las cámaras de la bomba, el que envía la información a un medidor análogo, Leybold-HeraeusCombitron CM30.

3.4.3 Construcción Sistema de Aplicación de Microondas.

Para el sistema de generación de microondas se interviene un horno de microondas doméstico, marca Oster, con una potencia máxima de 750 [W]. Para nuestro requisito es necesario intervenir el sistema interno que controla el magnetrón, ya que éste funciona en forma continua, aumentando la temperatura de la materia proporcional al tiempo de exposición. Dicha intervención consta de utilizar el regulador de potencia del horno microondas y desconectar el timer del sistema interno, reemplazando el timer por un sistema de control de diseño propio.

El control de potencia y tiempo de exposición permite que la temperatura del fruto no exceda los 50 [°C].

El sistema de control diseñado y construido consta de la programación de un microcontrolador, PIC 16F873A, el que tiene como función activar y desactivar el magnetrón por medio de un relay de 25 [A], el que por un lado se conecta a la fuente de alimentación y por el otro lado al magnetrón. Esto se logra activando y desactivando el relay, conectándolo a una salida analógica del microcontrolador, por medio de un transistor NPN PN2222A. Para ello se definen los tiempos de encendido, apagado y duración del proceso, cuyos valores son ingresados por medio de botones. Para ello se dispuso de 3 botones conectados a 3 entradas

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

analógicos del microcontrolador. La información se dispone por medio de un display alfanumérico 2X16, la que se presenta a través de un menú de opciones. Además se dispone de 2 led, uno rojo y verde, los que, según sea el caso, cambian de estado para indicar que el microondas está operando, luz verde, y no operando, luz roja. Cuando el proceso finaliza ambas luces cambian de estado sucesivamente dando aviso al usuario que terminó el experimento.

El programa del microcontrolador se realizó en el software PIC Simulator IDE, el que se puede revisar en el anexo.

Para la alimentación del circuito se fabrica un regulador de voltaje de 5 [V], con un LM317. El sistema electrónico es empaquetado en una caja metálica.

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

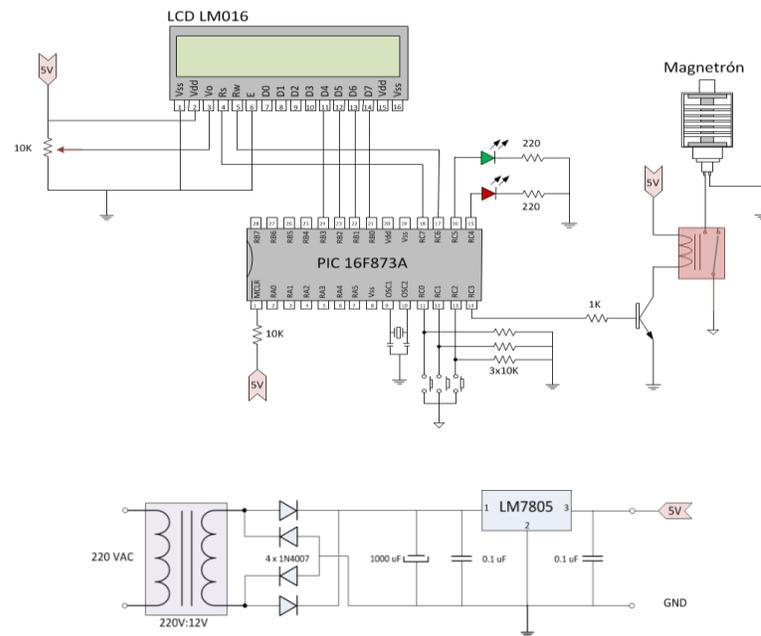


Figura 3.5: Esquema de los componentes eléctricos del sistema de control del magnetrón, entre los que se puede observar el microcontrolador PIC 16F873A, Display alfanumérico, Relay actuando sobre el magnetrón. Las etiquetas 5V hacen referencia a la alimentación desde el regulador de voltaje, que es mostrado en la parte inferior de la imagen. Las tierras están referenciadas al regulador de voltaje.

3.4.4 Montaje Experimental.

El acoplamiento de los sistemas de vacío, microondas y medición, conforman en su conjunto el sistema de secado asistido por microondas y vacío.

Desde el punto de vista operacional no presenta mayor complejidad, más que el protocolo definido. Un riesgo que se debe tener en cuenta son las posibles

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

fugas de radiación de microondas desde el interior de la cámara del horno de microondas. Para evitar éste riesgo se realizó barridos espaciales con una antena detectora de microondas cortocircuitando el campo con tela metálica en los puntos de fuga detectados.

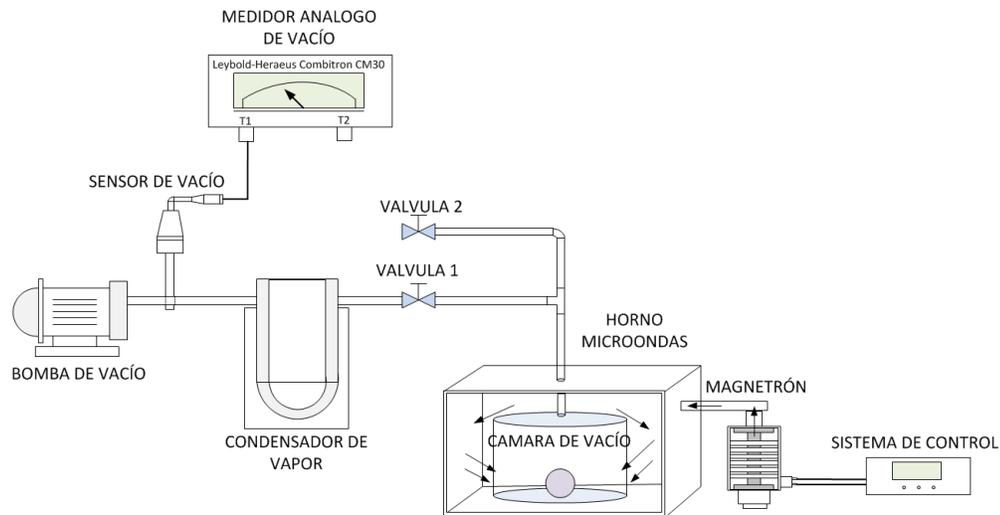


Figura 3.6: Esquema del montaje experimental para el sistema de secado asistido por microondas y vacío, en el que se observa el sistema de control del magnetrón, la cámara de vacío, el sensor y el medidor de vacío.



Figura 3.7: Imagen del montaje experimental para el sistema de secado asistido por microondas y vacío.

3.5 Método.

3.5.1 Producción de polvo de arándano por secado spray con atomización ultrasónica.

3.5.1.1 Preparación de la Muestra.

La muestra corresponde a jugo filtrado de arándano mezclado con Maltodextrina. Es necesaria la filtración debido a que el sistema de atomización no tiene la capacidad para atomizar los sólidos de mayor tamaño, tales como trozos de piel de fruta y semillas. La maltodextrina es utilizada como agente encapsulante, debido a que a las temperaturas de secado existe cambio de fase sólido-líquido para los azúcares contenidos en el jugo filtrado, tales como fructosa y glucosa, los que presentan temperaturas de fusión a 103 [°C], 146 [°C],

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

respectivamente Estas consideraciones fueron observadas en pruebas de secado previas, donde se observó para ensayos a temperatura de entrada entre 140-180 [°C] adhesión en las paredes internas de la cámara de secado del producto atomizado. El líquido a secar se obtiene, según se describe, en las siguientes etapas:

1.- Etapa de Descongelamiento: debido a que la materia prima es fruta congelada, la que es difícil de procesar, es necesario llevarla a un estado que facilite su uso. Para ello se cambia la temperatura de almacenamiento de -20 [°C] a 4 [°C], durante 2 [h].

2.- Etapa de Molienda: una vez descongelada la fruta se procede a moler 500 [g], utilizando una licuadora en nivel de velocidad 2 durante 5 [min]. En este proceso no se adiciona agua, ya que la materia prima contiene un 85% de agua.

3.- Etapa de filtrado: la fruta molida es introducida en filtros tipo manga de fabricación propia, los que consisten en dobles capas de tela de tejido fino. Éstos son sometidos a aceleración por medio de una centrifuga manual, la que nos permite acelerar el proceso de filtrado. El jugo filtrado obtenido es almacenado en contenedores a 4 [°C].

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

4.- Etapa de Mezcla: una vez obtenido, aproximadamente, 1.5 [l] de jugo filtrado, se mezcla con Maltodextrina. Para ello se coloca el jugo filtrado en un contenedor, el que se agita con un agitador electromecánico, y a su vez se agrega Maltodextrina en pequeñas cantidades con ayuda de un colador, de esta forma se evita aglomeraciones en la mezcla. Una vez agregada el total de Maltodextrina, la mezcla se agita durante 1 [h], obteniendo una solución homogénea.

Se formulan dos soluciones a distinta concentración maltodextrina y agua. Ellas poseen 42% y 12% de maltodextrina del peso seco total.

Tabla 3.1: Formulación para las dos soluciones. Se presenta la cantidad de sólidos y líquido aportados por el jugo filtrado, maltodextrina y agua, en gramos.

Solución	S [g]	L [g]	Maltodextrina [g]	Agua [g]
1	122,20	825,80	88,49	1000
2	157,69	1055,31	21,50	500

3.5.1.2 Protocolo Experimental.

Se verifica el funcionamiento óptimo de todos los componentes eléctricos del proceso, ya que lo componen distintos sistemas independientes, tales como el de calefacción, alimentación, atomización y de control.

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

Se realizan las pruebas previas de atomización, para lo que se deben ajustar los parámetros eléctricos del sistema, verificando que el sistema de control esté sintonizado con la frecuencia de resonancia del transductor. Luego se realizan pruebas previas de atomización, verificando el caudal máximo que puede atomizar el sistema para cada solución, ya que éste dependerá de las propiedades de la formulación, tales como la densidad, viscosidad, tensión superficial, tamaños de sólidos, entre otros.

Por otra parte se fija la temperatura de control para la temperatura del aire de entrada. Luego se enciende el calefactor y se espera el tiempo suficiente para que las temperaturas de entrada y salida sean estables.

Para el sistema de alimentación se establece que la solución debe estar en agitación constante durante el proceso, evitando decantación u otro fenómeno que afecte a la homogeneidad de la solución.

Verificado lo anterior, se procede a instalar el sistema de atomización en la parte superior de la cámara de secado, dando inicio al proceso.

Debido a que tanto la preparación de la muestra a secar como el proceso de secado es de alta complejidad, se establece para un mismo proceso, diferentes

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

ensayos con temperaturas de secado a, 180, 170, 160, 150, 140 [°C]. Debido a que existen cambios de temperatura en el proceso, se establece un tiempo de transición, hasta observar que las temperaturas de entrada y salida sean estables. El producto seco obtenido en las transiciones se colecta y se almacena sin mayor análisis. Para el producto seco obtenido cuando el sistema está en régimen después de cada transición, se colecta y almacena a 4 [°C].

3.5.1.3 Métodos de análisis.

Una parte del producto almacenado es utilizado para realizar estudios de humedad, observación microscópica y concentración de agente bioactivos, tales como antocianinas, polifenoles totales y actividad antioxidante (ORAC), por medio de HPLC. Para la medición de humedad se utiliza una termobalanzaHR73 halogenMoistureAnalyzer. Para las observaciones microscópicas se utiliza un microscopio óptico Olympus BX51.

Se definen dos muestras que se someterán a los análisis descritos, las que son elegidas bajo el criterio de menor temperatura de secado lograda para la obtención de producto seco en forma de polvo.

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

Muestra 2: Producto obtenido al secar la solución 1 a 150 [°C].

Muestra 3: Producto obtenido al secar la solución 2 a 140 [°C].

3.5.2 Producción de arándano deshidratado por secado asistido por microondas y vacío

3.5.2.1 Preparación de la Muestra.

En este caso la muestra consiste en fruto entero y congelado, ya que se desea un producto seco que conserve la forma, color, sabor y nutrientes.

3.5.2.2 Protocolo Experimental.

Se verifica el funcionamiento óptimo de todos los componentes eléctricos del proceso, ya que lo componen distintos sistemas independientes, tales como el sistema de vacío, sistema de microonda, sistemas de control y medición.

Es necesario que la bomba de vacío este en régimen, por lo que se deja encendida durante 20 [*min*], con sus llaves de paso cerradas.

Se definen los tiempos de control, time on, time off y time total, para el proceso. Debido a pruebas previas se establecen los tiempos de forma tal que la temperatura no supere los 50 [°C]: time on en 60 [s], time off: 60 [s] y time total en 120 [*min*].

CAPITULO 3. MATERIALES Y MÉTODO.

Se define la potencia del microondas a utilizar, la que se establece en nivel bajo, que es equivalente a 230 [W], según el fabricante.

Una vez verificado lo anterior, procedemos a introducir en la cámara de vacío 40 [g] de fruto congelado.

Abrimos la válvula de paso principal del sistema de vacío, generando en la cámara un nivel de vacío entre 10^{-2} - 10^{-3} [mbar], el que es registrado por el sistema de medición de vacío.

Damos inicio al proceso. Durante éste se registra la temperatura de la cámara de vacío con un pirómetro digital en los periodos en los que el microondas se encuentra apagado, de esta forma no se ve afectado el sistema de medición y se disminuye el riesgo de fugas por radiación.

Una vez terminado el proceso, el producto obtenido se almacena a 4 [°C]. El producto obtenido es denominado muestra 4.

3.5.2.3 Métodos de análisis.

Una parte del producto almacenado es utilizado para realizar estudios de humedad, observación microscópica y concentración de agente bioactivos, tales como antocianinas, polifenoles totales y actividad antioxidante (ORAC), por medio de HPLC. Para la medición de humedad se utiliza una termobalanza HR73 halogenMoistureAnalyzer. Para las observaciones microscópicas se utiliza un microscopio óptico Olympus BX51.

Capítulo 4.

ANÁLISIS Y RESULTADOS.

4.1 Características Físicas de las muestras obtenidas.

Se presentan los productos obtenidos para ambos sistemas de secado. Primero se presenta los productos en forma de polvo obtenidos por sistema de secado spray, los que denominaremos Polvo 1 y Polvo 2, y luego el producto obtenido por el sistema de secado asistido por microondas y vacío, el que denominaremos Fruto MWV (MicrowaveVacuum).



Figura 4.1: Imagen del producto en polvo obtenido para el sistema de secado con atomizador ultrasónico. (Izquierda) polvo con mayor concentración de maldextrina y menor concentración de sólidos aportados por el fruto. (Derecha) polvo con menor concentración de maltodextrina y mayor concentración de sólidos aportados por el fruto.



Figura 4.2: Imagen de arándanos deshidratados por secado asistido por microondas y vacío. Se observa que el fruto conserva su forma y presenta brillo en la parte exterior debido a los azúcares.

El porcentaje de humedad obtenido para las muestras ha sido distinto, siendo para el polvo de arándano, figura 4.1 izquierda, de 2,61%. Para el polvo de arándano, figura 4.2 derecha, de 6,02% y para el producto que conserva la forma del fruto, figura 4.2, del 6,54%. En relación al porcentaje de humedad en productos comerciales en forma de polvo y productos deshidratados, alrededor del 6%, las dos últimas muestras presentan niveles óptimos de humedad. Este nivel de humedad es recomendado para la conservación del producto y posterior almacenamiento.

4.2 Análisis Químicos de las Muestras.

Se determina la concentración de agentes bioactivos por medio de espectrofotometría, en el caso de las antocianinas, y HPLC para los polifenoles totales, antocianinas y actividad antioxidante (ORAC).

Con los resultados obtenidos se compara, en cuál de los casos, secado spray o secado asistido por microondas y vacío, conserva mejor la cantidad y variedad de agentes bioactivos. Además los resultados, en el caso para HPLC, se comparan con los resultados obtenidos para la fruta fresca y un producto en polvo fabricado en una Universidad de China, el que denominaremos Polvo China.

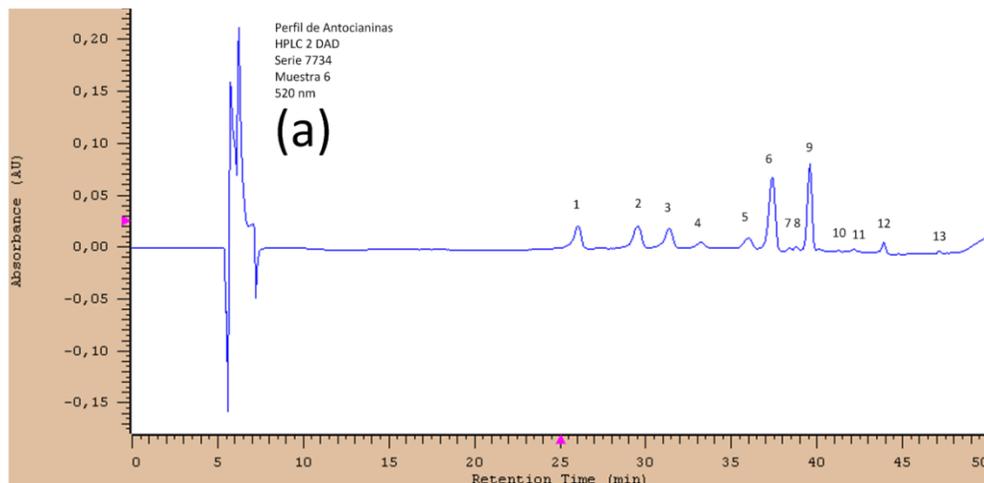


Figura 4.3: Perfil HPLC para el fruto fresco.

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

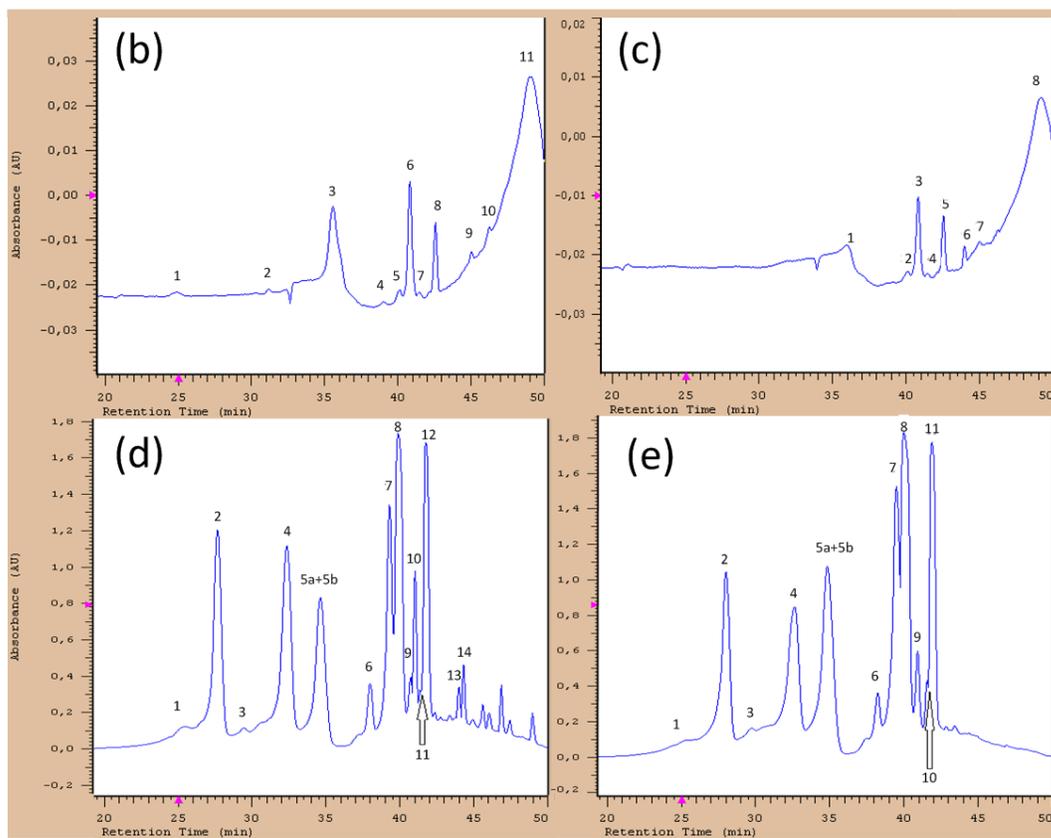


Figura 4.4: Perfil HPLC para las muestras (b) Polvo 1, (c) Polvo 2, (d) Fruto MWV y (e) Polvo China.

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Tabla 4.1: Valores obtenidos por HPLC para las muestra 1, 2, 3 y 4, donde se representan los resultados en [mg] por cada [g] de producto obtenido, en el caso de los polifenoles totales y antocianinas, y en [μ mol] por [g] de producto, en el caso de ORAC.

Muestra	Polifenoles Totales [mg/g]	Antocianinas [mg/g]	ORAC [μmol/g]
Futo Fresco	2.51	0.880	36.89
Polvo 1	3.45	0.197	48.39
Polvo 2	7.31	0.097	97.62
Fruto MWV	45.41	14.140	506.61
Polvo Chino	34.67	13.850	458.58

Tabla 4.2: Antocianinas identificadas en perfil HPLC para las muestras en estudio. Además se presenta el tiempo de retención para cada molécula identificada.

Muestra	Antocianina Detectada	Tiempo de Retención [min]
Muestra 1		
Fruto Fresco	Delfinidina 3-Galactosido	29,55
	Delfiniidina 3-Arabinosido	
	+ Cianidina 3-Galactosido	33,20
	Cianidina 3-Glucosido	36,00
	Petunidina 3-Glucosido	37,39
	Cianidina 3-Arabinosido	39,57
	Peonidina 3-Glucosido	41,23
Muestra 2	Cianidina 3-5 diglucosido	24,91

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Polvo 1

Cianidina 3-Glucosido	35,55
Cianidina 3-Arabinosido	39,01
Peonidina 3-Glucosido	40,8
Malvinidina 3-Galactosido	41,47
Malvinidina 3-Glucosido	42,53

Muestra 3

Polvo 2

Cianidina 3-Glucosido	35,89
Peonidina 3-Glucosido	40,8
Malvinidina 3-Galactosido	41,47
Malvinidina 3-Glucosido	42,51

Muestra 4

Fruto MWV

Delfinidina 3-Galactosido	27,65
Delfinidina 3-Glucosido	32,35
Delfiniidina 3-Arabinosido	
+ Cianidina 3-Galactosido	34,61
Cianidina 3-Glucosido	37,97
Petunidina 3-Glucosido	39,28
Cianidina 3-Arabinosido	39,87
Peonidina 3-Glucosido	40,99
Malvinidina 3- Galactosido	41,36
Malvinidina 3- Glucosido	41,73

Muestra 5

Polvo Chino

Delfinidina 3-Galactosido	27,87
Delfinidina 3-Glucosido	32,51
Delfinidina 3-Arabinosido	
+ Cianidina 3-Galactosido	34,72

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Cianidina 3-Glucosido	34,72
Petunidina 3-Glucosido	39,39
Cianidina 3-Arabinosido	39,89
Peonidina 3-Glucosido	40,80
Malvinidina 3- Galactosido	41,44
Malvinidina 3- Glucosido	41,76

En el caso de los polifenoles totales y ORAC, observamos un creciente aumento en relación al producto fresco, no así en el caso de las antocianinas para las muestras 2 y 3, que muestran una disminución en los valores en relación a éste.

Al comparar los resultados para los métodos de secado, muestras 2, 3 y 4, podemos observar que la muestra 4 presenta el mayor valor para todos los agentes bioactivos.

Al comparar la concentración de antocianinas obtenida para la muestra 3, en base a la concentración obtenida para el fruto fresco, la relación masa equivalente de fruto fresco por gramo de muestra 3, es 4,76 [g]. Por lo tanto, se esperaría una concentración de antocianinas en miligramos por gramo de muestra 3 de 4,19 [mg/g], el que es inferior al obtenido, 14,14 [mg/g].

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Para explicar este resultado se propone lo siguiente: Por un lado entender que el método de análisis que se emplea, en el caso de las antocianinas, el valor de concentración en miligramos es equivalente a la cantidad de la molécula representativa cianidina-3-glucosídico en un gramo de fruta fresca. Por lo general, la utilización de solventes es empleada para la extracción de agentes bioactivos, el que, en el caso de extracción en fruta, tendrá interacción con el agua que es contenida en éstas, amortiguando el efecto del solvente sobre los agentes activos. Ahora cuando el método de análisis se aplica a una variedad de frutas, bajo los mismos parámetros; parámetros como la interacción del solvente con el agua y los sólidos de la fruta, y el método de extracción, es posible su clasificación según sea la concentración obtenida. Si consideramos que la aplicación de microondas y vacío, bajo las condiciones descritas, se extrae en gran medida la humedad conservando en su totalidad la materia sólida, y la forma del fruto, podemos pensar a nivel microscópico, que las células han perdido la humedad, pero han conservado su estructura celular, en las que se alojan los pigmentos naturales, como es el caso de las antocianinas además, considerando que las células que forman la piel de la fruta contienen mayores valores de concentración de este pigmento natural, por lo que al aplicar solvente, éste interactuara directamente con los agentes activos extrayéndolos en mayor medida, estando una mayor cantidad de agentes bioactivos disponibles para el análisis. Por lo tanto, se debe distinguir entre la cantidad de alguna molécula disponible y el contenido real en un medio.

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Otro resultado que puede ser explicado bajo este supuesto, es el aumento en la variedad de antocianinas identificadas para el fruto seco obtenido al aplicar microondas y vacío en relación al fruto fresco. Físicamente, la diferencia entre ambos es el contenido de agua, alrededor de 85% para el fruto fresco, y 7% para el Fruto MWV. Ahora al comparar la variedad de antocianinas de la muestra Fruto MWV con las muestras polvo 1 y polvo 2, se observa que estas últimas presentan menor variedad, lo que puede ser explicado principalmente por efecto de la temperaturas de secado. Estas muestras han sido secadas a 160 [°C] y 140 [°C], respectivamente. Ahora, la que ha sido secada a menor temperatura, polvo 2, presenta menor variedad de antocianinas siendo contrario a lo esperado, pero reporta mayor valor de polifenoles totales y ORAC. Se piensa que este resultado puede deberse al menor contenido de maltodextrina, siendo lo suficiente para encapsular y proteger a la materia activade los efectos de la temperatura y oxidación de los polifenoles y ORAC, pero no suficiente para proteger de la degradación de las antocianinas por efecto de la temperatura.

Al comparar la cantidad de agentes bioactivos y la variedad de antocianinas de la muestra Polvo Chino, se observan valores altos, por lo que se piensa que las características del proceso: temperatura y vacío, son similares a las de la muestra Fruto MWV.

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

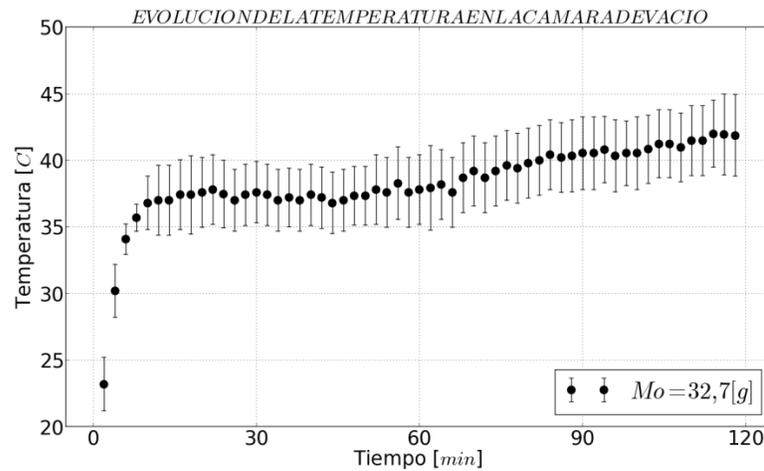


Figura 4.5: Evolución de la temperatura en la cámara de vacío. Los datos corresponden al promedio de un ensayo triplicado, con masa inicial de 32.40, 32.72 y 33.10[g]. Los rango de temperatura van desde 23 [°C] a 43 [°C], observando un fuerte incremento en los primeros minutos del proceso.

Se observa para los primeros minutos de secado un fuerte incremento en temperatura. Si se considera la temperatura del fruto congelado en el instante que es introducido en la cámara de vacío, aproximadamente 15 [°C], donde la primera lectura, a los 2 [min] de iniciado el proceso, reporta una temperatura de 23 [°C], hasta que se observa temperatura estable, alrededor de 37 [°C], la temperatura aumenta 27 [°C]. Otro fenómeno que se observa, es la estabilidad de la temperatura posterior al fuerte incremento, aproximadamente a partir de los 10 [min] hasta los 60 [min]. Se piensa que el efecto corresponde al equilibrio térmico del sistema, mientras el sistema contenga la capacidad de liberar energía a través de vapor de agua. Posterior a los 60 [min] se observa un incremento de la

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

temperatura desde los 37 [°C] hasta los 43 [°C], aproximadamente, debido a que durante el proceso anterior se ha removido gran cantidad de agua del sistema, éste no posee un mecanismo para equilibrarse, dando lugar al aumento de la temperatura.

Como la temperatura es referida a la cara externa de la cámara de vacío, existe la posibilidad que en su interior existan temperaturas locales mayores a 43 [°C].

4.3 Balance de Masa.

Se realiza balance de masa como una forma de cuantificar las pérdidas de producto en cada proceso.

Entre los dos métodos de secado, el primero es el que presenta mayor complejidad de cálculo, debido a las múltiples etapas en la preparación del líquido a secar. El cálculo se presentara en dos etapas: primero, el balance de masa en la etapa de preparación, sin considerar la mezcla de maltodextrina; segundo, se presentara la etapa de secado, relacionando la materia sólida que entra con la que se recupera en forma de polvo.

Para el segundo método de secado el cálculo es de menor dificultad debido a las características del proceso.

4.3.1 Balance de masa para el proceso de secado ultrasónico.

En este caso, debido a las múltiples etapas que presenta la preparación del líquido a secar, se presentaran los porcentajes de sólidos para cada solución formulada, en este caso solución 1 y solución 2, y se comparará con la materia final recuperada, la que contempla los sólidos contenidos en el jugo filtrado y los sólidos recuperados en la etapa de filtración. Posteriormente se evalúa la recuperación de sólidos en forma de polvo en el proceso de secado.

Tabla 4.3: balance de masa para la preparación de la solución 1. Donde la notación **Mo** corresponde a masa inicial en cada etapa, **S** y **L** a la masa, en gramos, de sólidos y líquidos en cada etapa, respectivamente.

Etapa	Mo	% Sólido	S [g]	% humedad	L [g]
Fruto Fresco	1419	15,40	218,53	84,60	1200,47
Fruto molido	1419	15,40	218,53	84,60	1200,47
Jugo filtrado (JF)	948	12,89	122,20	87,11	825,80
Sólidos Retenidos (SR)	228	30,05	68,51	69,95	159,49
Masa JF+SR			190,71		985,29
% Masa Perdida			12,73		17,93

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Tabla 4.4: balance de masa para la preparación de la solución 2. Donde la notación **Mo** corresponde a masa inicial en cada etapa, **S** y **L** a la masa, en gramos, de sólidos y líquidos en cada etapa, respectivamente.

Etapa	Mo	% Sólidos	S [g]	% Humedad	L [g]
Fruto Fresco	1559	15,31	238,68	84,69	1320,32
Fruto molido	1559	15,31	238,68	84,69	1320,32
Jugo filtrado (JF)	1213	13,00	157,69	87,00	1055,31
Sólidos Retenidos (SR)	232	25,18	58,42	74,82	173,58
Masa JF+SR			216,11		1228,89
% Masa Perdida			9,46		6,92

Tabla 4.5: balance de masa para el secado de las soluciones 1 y 2.

Solución	Sólidos procesados [g]	Sólidos recuperados [g]	% de Sólidos recuperados [g]
1			
2	173,00	98	56,6

Se observa una recuperación promedio del 52%. Este valor es considerado bajo a escala industrial, pero debido a los fines experimentales, basta con obtener muestra suficiente para evaluar los efectos de la temperatura. La baja recuperación se debe a distintas razones, entre ellas la adhesión de polvo a las paredes de la cámara de secado, polvo arrastrado por el sistema de extracción de aire, y en menor cantidad, a líquido no atomizado.

4.3.2 Balance de masa para el proceso de secado asistido por microondas y vacío.

En este caso la determinación del porcentaje de sólidos recuperados presenta menor dificultad, debido a que para el proceso es necesario procesar el fruto completo, el que posee un porcentaje de sólidos promedio de 20,5% y el producto final tiene un porcentaje de sólidos promedio de 93 %. Se presenta en una tabla el resultado para estos valores de 3 ensayos

Tabla 4.6: Balance de masa para el secado asistido por microondas y vacío de 3 ensayos. Se representa la masa inicial y final con la notación ***Mo*** y ***Mf***, respectivamente. El porcentaje de recuperación se presenta en la última columna.

Masa Inicial	Masa Final	Sólidos <i>Mo</i>	Sólidos <i>Mf</i>	SMf/S<i>Mo</i>
[g]	[g]	[g]	[g]	%
32,40	7,20	6,80	6,77	99,47
32,72	7,38	6,87	6,86	99,89
33,10	7,41	6,88	6,85	99,56

Se obtiene una recuperación de sólidos promedio del 99,63%. El producto final presenta un porcentaje de humedad promedio del 6,54%. Este resultado es considerado a escala industrial de alta eficiencia, debido a que en general, los procesos industriales de alta eficiencia reportan pérdidas en los proceso de alrededor del 10%.

4.4 Costo Energético.

Otro aspecto estudiado es el costo energético para cada proceso. Aunque los procesos han sido diseñados para una producción a escala experimental, realizar la comparación entre ambos procesos puede presentar consideración que pueden ser tomadas en cuenta al momento de pensar en producción a escala industrial.

Se calcula el costo energético por gramo de producto obtenido en [kWh/g], siendo analizados los casos para las muestras Polvo 1 y Fruto MWV, siendo estos los que presentan mayor concentración de agentes bioactivos.

Tabla 4.7:Factor de costo energético por gramo de producto obtenido. Se presenta las variables consideradas para el cálculo de este factor, tales como cantidad producida, tiempo de producción y potencia.

Método	Cantidad Producción [g]	Tiempo Producción [h]	Potencia [kW]	Factor [kWh/g]
Spray	98	1,5	3,9	0,060
MWV	7,3	2	1,1	0,301

Se observa un mayor factor de costo para el secado asistido por microondas y vacío. Otra característica importante del producto obtenido es el contenido de agentes bioactivos, por lo que se corrigen los factores obtenidos en la tabla 4.7

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

considerando la concentración de polifenoles, antocianinas y ORAC, siendo ahora el factor de costo el de la energía por miligramo, de polifenoles, antocianinas, y en el caso de ORAC micromoles por gramo de producto obtenido.

Tabla 4.8: Factor de costo energético para cada agente bioactivo. Se presenta en la parte izquierda de la tabla las concentraciones de agentes bioactivos para las muestras Polvo 2 y Fruto MWV. En la parte derecha de la tabla se presenta el factor de costo energético para producir cada agente bioactivo por cada método. El factor 1 y 2, corresponden al método de secado spray y, microondas y vacío, respectivamente.

Agente Bioactivo	Spray	MWV	factor 1	factor 2	f1/f2
			[kWh/mg]	[kWh/mg]	
Polifenoles [mg/g]	7,310	45,41	0,00816	0,00663	1,23
Antocianinas [mg/g]	0,097	14,14	0,61540	0,02131	28,87
ORAC [μmoles/g]	97,62	506,61	0,00061	0,00059	1,03

Se observa, para el caso de polifenoles y ORAC un costo energético similar para producir la misma cantidad de agentes bioactivos para cada método, pero en el caso de antocianinas se observa que el costo energético para producir el equivalente por el método de secado spray es 28,87 veces más costoso que el método de secado asistido por microondas y vacío.

4.5 Análisis Microscópico de las muestras.

El primer sistema corresponde al sistema más ampliamente utilizado en el secado de alimentos, secado spray, pero con la salvedad que el sistema de atomización es asistido por ultrasonidos, por lo que se realizará un análisis complementario. El estudio complementario consiste en comparar la forma de las muestras obtenidas para el sistema de secado spray con muestras comerciales en forma de polvo de origen de China, y Australia.

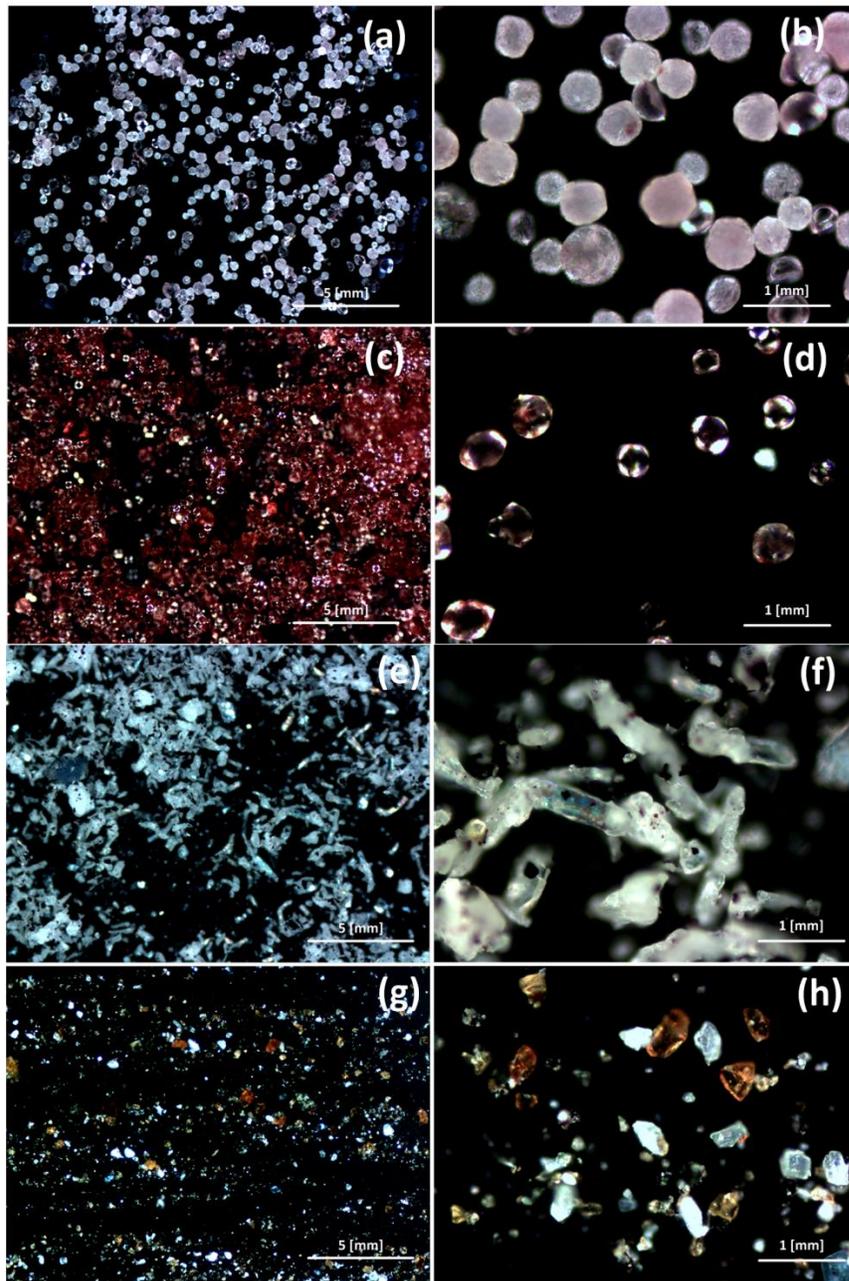


Figura 4.6: Imágenes obtenidas por microscopio óptico para las muestras obtenidas en el laboratorio y comerciales. (a) (b) Polvo 1, (c) (d) Polvo 2, (e) (f) Polvo China y (g) (h) polvo Australia. Las imágenes de la izquierda y de la derecha han sido adquiridas con aumento 5X y 20X, respectivamente.

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Se observa una apreciable diferencia en la forma de los polvos. En el caso de las imágenes 4.6.a, 4.6.b, 4.6.c y 4.6.d se observa que las partículas presentan forma esférica. La diferencia de color entre ellas se debe a la concentración de sólidos aportados por el jugo filtrado y la maltodextrina. En el caso de las imágenes 4.6.e y 4.6.f se puede apreciar dos formas de partículas. Unas de mayor tamaño, que presentan forma de astillas y color claro, y las de menor tamaño presentan una apariencia de grano y color oscuro. Para las imágenes 4.6.g y 4.6.h se observa una mezcla de tamaños de granos con formas irregulares, con colores claros, ámbar, rojizos y oscuros. Estos granos oscuros observados en las imágenes 4.6.e-4.7.h podrían corresponder a sólidos aportados por arándanos.

El tamaño de partícula para las imágenes 4.6.a y 4.6.c se determina aplicando análisis de imágenes por medio del software MATLAB, donde el programa calcula el diámetro de las partículas a partir de la detección de los perímetros circulares, para lo cual ha sido necesario transformar la imagen original obtenida desde el microscopio a imagen binaria aplicando filtros para descartar aberraciones de menor tamaño que puedan ser consideradas como partículas. Los resultados son resumidos en histograma para los diámetros de las partículas.

CAPITULO 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

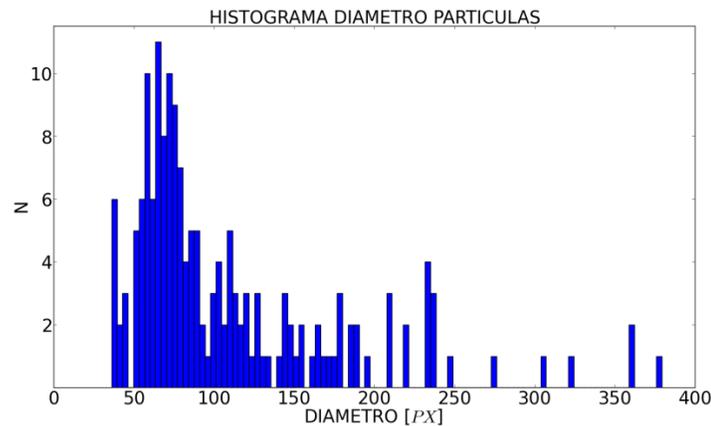


Figura 4.7: Histograma para diámetros de partículas observadas Polvo 1, imágenes 4.6.a.

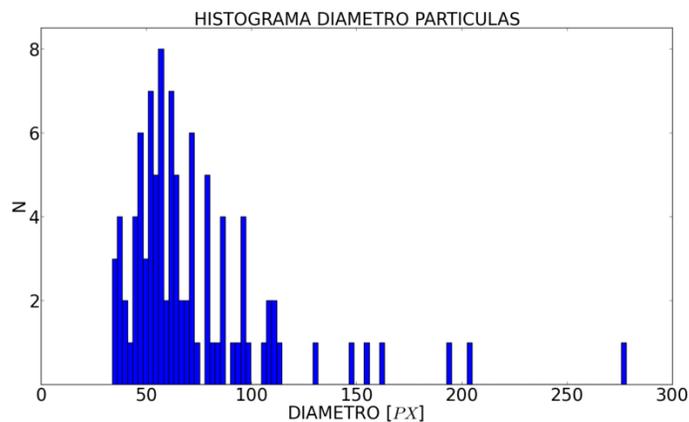


Figura 4.8: Histograma para diámetros de partículas observadas Polvo 2, imágenes 4.6.c.

Una vez obtenidos los histogramas, se realiza análisis de imágenes al patrón utilizado, el que consiste en obtener una imagen microscópica, aumento óptico 5X, transformando la imagen a minaría y obteniendo el perfil de intensidad, similar a dos pulsos cuadrados distanciados por la distancia patrón. Debido a que las marcas del patrón tienen un ancho, se considera como distancia patrón la

distancia entre los punto medio (ver figura 4.9). El factor de conversión es el número de pixeles para la distancia patrón correspondiente a 1[mm].

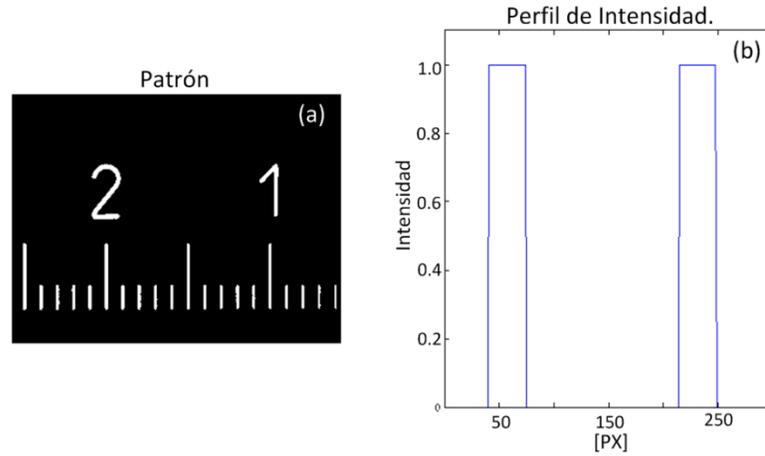


Figura 4.9: (a) Imagen binaria del patrón utilizado. (b) Perfil de intensidad de la imagen (b) para 1 [mm].

Tabla 4.9: Tamaños de partículas para las muestras obtenidas para las muestras Polvo 1 y Polvo 2.

Imagen	Diámetro Partícula [Px]	Patrón [Px/mm]	Diámetro Partícula [μm]
4.9.a	65,0	1735	37,5
4.9.c	56,9	1735	32,8

Capítulo 5.

CONCLUSIONES

5.1. Conclusiones.

Se ha establecido que es posible conservar los agentes bioactivos termolábiles, polifenoles y antocianinas del arándano, cuando se usa un sistema de secado asistido por microondas y vacío. El producto que se obtiene es un arándano deshidratado.

A partir de una solución de jugo de arándano y Maltodextrina como agente encapsulante, que ha sido atomizado ultrasónicamente, se obtuvo polvo de arándano seco. El producto obtenido conserva baja cantidad y variedad de polifenoles, antocininas y ORAC del arándano.

Se han caracterizado los productos obtenidos, polvo de arándano y arándano deshidratado, obteniendo porcentajes de humedad para el polvo 1, polvo 2 y fruto MWV, del 2.61%, 6.02% y 6.54%, respectivamente.

CAPITULO 5. CONCLUSIONES

Se ha cuantificado la cantidad de agentes bioactivos de los productos obtenidos en los procesos experimentales, siendo el producto para el sistema de seca asistido por microondas y vacío el que presenta mayor concentración de agentes bioactivos, con 14.14 [mg/g] de antocianinas, 45.41 [mg/g] de polifenoles totales y 506.61 [μ moles/g] de ORAC.

Han sido caracterizados los procesos de secado en estudio, determinando el balance de masa y costo energético para cada proceso, siendo el sistema de secado asistido por microondas y vacío el que presenta la mayor eficiencia, con una recuperación del 99.63% de la masa seca, versus un 52% para el secador spray.

BIBLIOGRAFÍA.

[1] Catherine C. Neto. Cranberry and bluberry: Evidence for protective effects against cáncer and vascular diseases. Mol.Nutr. Food Res. 2007, 51, 652-664.

[2] Bent H. Havsteen. The biochemistry and medical significance of the flavonoids. Pharmacology and Therapeutics 96 (2002) 67-202.

[3] Prior, R.L., Cao, G., Martin, A., Sofic, E. et al., Antioxidant capacity as influenced by total and anthocyanins content, maturity and variety of vacuum species. J. Agric. Food Chem. 1998, 46, 2686-2693.

[4] Zheng, W., Wang, S. Y. Oxygen radical absorbing capacity of phenolic in blueberries, cranberries, chokeberries and lingonberries. J. Agric. Food Chem. 2003, 51, 502-509.

[5] The USDA database. [http:// www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp](http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp).

[6] Edición Especial Internacional Arándanos de Chile. Proyecciones temporada 2012/13 Arándanos chilenos expanden su presencia en el mundo. Asociatividad: La clave del éxito. http://www.portalfruticola.com/wp-content/uploads/2012/10/arandanos_chile_e.pdf

[7] Oficina de estudios y Política Agraria. Mercado y Proyección del cultivo de arándanos. . <http://www.odepa.cl>

[8] Perfil de Mercado de Arándanos en los Estados Unidos de Norteamérica. Oficina Comercial del Perú en Miami. <http://www.siicex.gob.pe/siicex/-documentosportal/alertas/documento/doc/679028340radE80FF.pdf>

[9] Farid Chemat, Zill-e-Huma, Muhammed Kamram Khan. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. Ultrasonics Sonochemistry: Vol. Issue 4, July 2011, pages 813-835.

[10] Kamaljit Vikhu, Raymond Mawson, Lloyd Simons, Darren Bates. Applications and opportunities for ultrasound assisted extraction in the food industry- A review. Innovative Food Science and Emerging Technologies 9 (2008) 161-169.

[11] Fang Chen, Yangzhao Sun, Guaghua Zhao, Xiaojun Liao, Xiaosong Hu, Jihong Wu, Zhengfu Wang. Optimization of ultrasound-assited extraction of anthocyanins in red raspberries and identification of anthocyanins in estrac using high-performance liquid chromatography-mass spectrometry. Ultrasonids Sonochemistry 14 (2007) 767-778.

[12] <http://livesuperfoods.com/live-superfoods-blueberry-power.html>

[13] <http://www.nativforlife.cl/blueberry>

[14] <http://bioka.fi/english/products/industrial/berry-powders/>

[15] <http://www.oceansprayitg.es/products/cranberry-powders/>

[16] Handbook of Industrial Drying, Third Edition, Edited by Arun S. Mujumdar CRC Press 2006.

ANEXO.

Programa utilizado en el microcontrolador PIC 16F873A.

```
Define LCD_DREG = PORTB
Define LCD_BITS = 4
Define LCD_DBIT = 0
Define LCD_RSREG = PORTC
Define LCD_RSBIT = 7
Define LCD_EREG = PORTC
Define LCD_EBIT = 6
Define LCD_LINES = 2
Define LCD_CHARS = 16

TRISB = %00000000
TRISC = %00000111

Dim time1 As Word
Dim time2 As Word
Dim time3 As Word
Dim time4 As Word
Dim time5 As Word
Dim a As Word
Dim b As Word
Dim espera1 As Long
Dim espera2 As Long
time1 = 0
time2 = 0
time3 = 0
time4 = 0
time5 = 0
a = 0
b = 0
espera1 = 0
espera2 = 0
Lcdinit
'Lcdout $fe, 1

inicio:
  Lcdcmdout LcdLine1Home
  Lcdout "1 tiempo on"
  Lcdcmdout LcdLine2Home
  Lcdout "2 tiempo off"
  If PORTC.0 = 1 Then
    Lcdcmdout LcdLine1Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
    Gosubtiempo_on
  Endif
```

CAPITULO 6. BIOGRAFÍA

```
    If PORTC.1 = 1 Then
        Lcdcmdout LcdLine1Clear
        Lcdcmdout LcdLine2Clear
        Gosubtiempo_off
    Endif
    If PORTC.2 = 1 And time1 > 0 And time2 > 0 Then
        Lcdcmdout LcdLine1Clear
        Lcdcmdout LcdLine2Clear
        Gosubtime_mw
        Gosub relay
        Gosubalarma
        WaitMs 100
    Endif
    Gotoinicio
End

tiempo_on:

    Lcdcmdout LcdLine1Home
    Lcdout "tiempo on [s]"
    Gosub cantidad1
    Lcdcmdout LcdLine1Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
Return
tiempo_off:
    Lcdcmdout LcdLine1Home
    Lcdout "tiempo off [s]"
    Gosub cantidad2
    Lcdcmdout LcdLine1Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
Return
time_mw:

    Lcdcmdout LcdLine1Home
    Lcdout "tiempo MW [min]"
    Gosub cantidad3
    Lcdcmdout LcdLine1Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
Return
relay:
    Lcdcmdout LcdLine1Home
    Lcdout "relay"
    Gosub cantidad4
    Lcdcmdout LcdLine1Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
Return

cantidad1:
    WaitMs 100
    Lcdcmdout LcdLine2Home
    Lcdout #time1
    If PORTC.0 = 1 Then
```

CAPITULO 6. BIOGRAFÍA

```
        WaitMs 100
        time1 = time1 + 10
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout #time1
    Endif
    If PORTC.1 = 1 And time1 > 0 Then
        WaitMs 100
        time1 = time1 - 10
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout #time1
    Endif
    If PORTC.2 = 1 And time1 > 0 Then
        WaitMs 100
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout "aceptado"
        WaitMs 500
        Return
    Endif
    Goto cantidad1
Return
cantidad2:
    WaitMs 100
    Lcdcmdout LcdLine2Home
    Lcdout #time2
    If PORTC.0 = 1 Then
        time2 = time2 + 10
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout #time2
    Endif
    If PORTC.1 = 1 And time2 > 0 Then
        time2 = time2 - 10
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout #time2
    Endif
    If PORTC.2 = 1 And time2 > 0 Then
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout "aceptado"
        WaitMs 500
        Return
    Endif
    Goto cantidad2
Return
cantidad3:
    Lcdcmdout LcdLine2Home
    Lcdout #time4, ":", #time5
    WaitMs 100
    If PORTC.0 = 1 Then
        time3 = time3 + (time1 + time2)
        time4 = time3 / 60
        time5 = time3 Mod 60
    Endif
    If PORTC.1 = 1 And time3 > 0 Then
```

CAPITULO 6. BIOGRAFÍA

```
        time3 = time3 - (time1 + time2)
        time4 = time3 / 60
        time5 = time3 Mod 60
    Endif
    If PORTC.2 = 1 And time3 > 0 Then
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout "aceptado"
        WaitMs 500
        Return
    Endif
    Goto cantidad3
Return
cantidad4:
    a = time3 / (time1 + time2)
    esperal = (time1 * 10000) / 33
    espera2 = (time2 * 10000) / 33
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Home
    Lcdout #a
    For b = 1 To a Step 1
        Lcdcmdout LcdLine2Clear
        Lcdcmdout LcdLine2Home
        Lcdout #b
        High PORTC.5
        High PORTC.3
        WaitMs esperal
        Low PORTC.5
        Low PORTC.3
        High PORTC.4
        WaitMs espera2
        Low PORTC.4
        If b = a Then Return
    Next b
    Goto cantidad4
Return
alarma:
    Lcdcmdout LcdLine1Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Clear
    Lcdcmdout LcdLine2Home
    Lcdout "termino"
    High PORTC.4
    High PORTC.5

    WaitMs 100
    Low PORTC.4
    Low PORTC.5

    If PORTC.0 = 1 Then Return
    WaitMs 100
    Goto alarma
Return
```