

1/004/M27

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERÍA PESQUERA Y DE ALIMENTOS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA DE ALIMENTOS



**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE SECADO POR
ATOMIZACIÓN DEL EXTRACTO TÁNICO OBTENIDO DE LAS
VAINAS DE TARA (*Caesalpinia spinosa*) APLICANDO LOS
MÉTODOS TAGUCHI Y SUPERFICIE DE RESPUESTA**

**TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO DE
ALIMENTOS**

ELABORADO POR:

**CYNTHIA GERALDINE MASGO ACHA
CRHISTIAN LEONARDO QUISPE YALLI**

ASESOR: DR. JOSÉ RAMÓN CÁCERES PAREDES

**Callao, Noviembre del 2014
PERÚ**

DEDICATORIA

A mis padres Nidia y César, por su sacrificio y esfuerzo brindado para la culminación de mis estudios. Gracias por sus consejos, lecciones de vida y apoyo incondicional para realizar la presente investigación. A mis hermanos por sus palabras de aliento durante todo el camino a la tesis. A mi mamita Avilia por sus enseñanzas de lucha constante para lograr mis metas trazadas. A mi compañero y amigo Crhistian Quispe, por el esfuerzo plasmado en este trabajo y su apoyo para cumplir con este gran sueño.

A mi familia, a quienes amo infinitamente y en especial a mis padres Paulina y Gregorio, por haberme dado la vida y demostrarme siempre su cariño y apoyo lleno de buenos valores, ustedes que con su sacrificio incondicional me dieron la oportunidad de haber llegado hasta esta etapa tan importante en mi formación profesional. A mi compañera, amiga y colega Cynthia Masgo, porque sin el equipo conformado no hubiese logrado esta meta.

Finalmente agradecemos a todas aquellas personas que de alguna u otra manera nos ayudaron a cumplir con este gran sueño.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, agradecemos a Dios, por darnos la vida y no dejarnos caer durante todo el camino a la tesis.

A nuestra familia, por su apoyo incondicional, comprensión, paciencia y ánimo para la culminación del presente trabajo de investigación.

A nuestra alma mater, Universidad Nacional del Callao, por darnos la oportunidad de formarnos profesionalmente.

A nuestra profesora, Ing. Ana Mercado del Pino, Jefe del Centro Experimental Tecnológico perteneciente a la Universidad Nacional del Callao, por su apoyo para el uso de los laboratorios, asimismo por su orientación durante el desarrollo experimental de nuestro trabajo de investigación.

A nuestro asesor de tesis, Dr. José Ramón Cáceres Paredes, Vicerrector de Investigación de la Universidad Nacional del Callao, por su orientación, conocimientos, experiencia, motivación y tiempo brindado para el desarrollo del presente trabajo de investigación.

Al Dr. David Vivanco Pezantes, Decano de la Facultad de Ingeniería Pesquera y Alimentos e Ing. Walter Tarazona Espinoza, Jefe del Laboratorio de Ingeniería de Alimentos, por su apoyo para el uso del Laboratorio de Análisis Físicoquímico de la Facultad de Ingeniería de Alimentos ubicada en Chucuito-Callao.

A la Ing. Ana Lancho Ruiz y Analista Químico Lady Castillo Pinedo por su orientación en el uso del equipo espectrofotómetro.

Al Blgo. Edgar Zarate Sarapura, por su orientación durante el desarrollo del método de determinación de taninos; asimismo, al Ing. Erick Álvarez Yanamango, por su orientación en las pruebas microbiológicas requeridas para nuestro trabajo.

Al Sr. Walter Paulino Veliz, técnico encargado de los equipos del Laboratorio del Centro Experimental Tecnológico, por su constante apoyo en el mantenimiento preventivo de los equipos requeridos durante el desarrollo experimental del presente trabajo de investigación.

A todos nuestros profesores de la carrera de Ingeniería de Alimentos, que nos enseñaron la profesión impulsándonos siempre a seguir adelante.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	i
CAPITULO I	1
PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACIÓN	1
1.1. Identificación del problema.....	1
1.2. Formulación del problema.....	2
1.3. Objetivos de la investigación.....	3
1.3.1. Objetivo General.....	3
1.3.2. Objetivos Específicos.....	3
1.4. Justificación	4
1.5. Importancia	6
CAPITULO II	7
MARCO TEÓRICO.....	7
2.1. Antecedentes de la Investigación.....	7
2.2. Bases Teóricas.....	21
2.2.1. Tara.....	21
2.2.2. Compuestos Fenólicos	37

2.2.3.	Taninos.....	43
2.2.4.	Método de Cuantificación de Taninos	55
2.2.5.	Proceso de Secado por Atomización	56
2.2.6.	Encapsulación.....	78
2.2.7.	Método Taguchi	92
2.2.8.	Metodología de Superficie de Respuesta	95
2.2.9.	Optimización por Respuestas Múltiples.....	104
2.3.	Definiciones Conceptuales	109
2.3.1.	Harina de Tara	109
2.3.2.	Extracto Tánico	109
2.3.3.	Extracto Tánico Concentrado	109
2.3.4.	Maltodextrina DE 10.....	110
2.3.5.	Extracto Tánico Atomizado	110
2.3.6.	Degradación térmica de taninos	110
2.3.7.	Valor estimado	110
2.3.8.	Valor observado.....	110
CAPITULO III	111

VARIABLES E HIPOTESIS.....	111
3.1. Variables de la investigación.....	111
3.1.1. Variables Independientes.....	111
3.1.2. Variables Dependientes	111
3.2. Operacionalización de Variables	112
3.2.1. Empleando el Método Taguchi.....	112
3.2.2. Empleando la Metodología de Superficie de Respuesta	113
3.3. Hipótesis.....	114
3.3.1. Hipótesis general.....	114
3.3.2. Hipótesis específicas.....	114
CAPITULO IV.....	117
METODOLOGIA	117
4.1. Tipo de Investigación	117
4.2. Diseño de la Investigación.....	117
4.2.1. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria	118
4.2.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos	119
4.2.3. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados.....	122
4.2.4. Etapa IV: Determinación de la condición óptima.....	123

4.3. Población y Muestra	124
4.3.1. Población:	124
4.3.2. Muestra:	125
4.4. Técnicas e instrumentos de recolección de datos.....	126
4.5. Procedimientos de recolección de datos	145
4.5.1. Obtención de la Harina de Tara	145
4.5.2. Obtención del Extracto Tánico Concentrado Encapsulado	151
4.5.3. Secado por atomización	157
4.6. Procesamiento estadístico y análisis de datos	160
4.6.1. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria	160
4.6.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos	160
4.6.3. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados.....	161
4.6.4. Etapa IV: Determinación de la condición óptima.....	162
RESULTADOS.....	166
5.1. Caracterización Física de las Vainas de Tara.....	166
5.2. Caracterización Físicoquímica de la Harina de Tara	166
5.3. Rendimiento porcentual del extracto tánico de tara según el número de extracciones	167

5.4. Caracterización Físicoquímica del extracto tánico concentrado	168
5.5. Medición de la Concentración de Polifenoles y Taninos Totales.....	169
5.5.1. Determinación de la Curva Espectral.....	169
5.5.2. Determinación de la Curva de Calibración.....	170
5.6. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria	174
5.7. Etapa II: Determinación de los factores significativos.....	177
5.8. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados	189
5.8.1. Modelamiento del Rendimiento del producto final.	192
5.8.2. Modelamiento de la Degradación térmica de Taninos	195
5.9. Etapa IV: Determinación de la condición óptima	198
5.9.1. Validación de la estimación de la condición optima	201
5.10. Caracterización del producto final bajo la condición óptima del proceso	
204	
5.10.1. Caracterización Físicoquímica.....	204
5.10.2. Caracterización Microbiológica	205
CAPITULO VI.....	207
DISCUSIONES.....	207
6.1. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria	207

6.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos.....	209
6.3. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados	211
6.4. Etapa IV: Determinación de la condición óptima	213
CAPITULO VII.....	217
CONCLUSIONES.....	217
CAPITULO VIII.....	219
RECOMENDACIONES	219
BIBLIOGRAFIA.....	221
ANEXOS	244

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 2.1. Clasificación Taxonómica de la Tara	24
Cuadro 2.2. Composición Química de la Tara (%)	30
Cuadro 2.3. Clasificación de Compuestos Fenólicos	40
Cuadro 2.4. Fuentes de taninos hidrolizables en diversas plantas	47
Cuadro 2.5. Influencia de las variables del secado por atomización	67
Cuadro 2.6. Tipos de Encapsulantes	83
Cuadro 2.7. Arreglo Ortogonal $L_8(2)^7$	94
Cuadro 2.8. DCC para 2^2 y 3 respuestas	103
Cuadro 2.9. Componentes de un DCCR de segundo orden	104
Cuadro 3.1. Operacionalización de Variables empleando el Método Taguchi	112
Cuadro 3.2. Operacionalización de Variables Empleando la Metodología de Superficie de Respuesta	113

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 4.1. Diseño de pruebas preliminares.....	119
Tabla 4.2. Factores y niveles del Arreglo Ortogonal $L_{27}(3^4)$	120
Tabla 4.3. Diseño del Arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del Método Taguchi.....	121
Tabla 4.4. Factores y sus niveles empleados para el DCCR	122
Tabla 4.5. DCCR según la Metodología de Superficie de Respuesta	123
Tabla 4.6. Posibles soluciones óptimas	124
Tabla 5.1. Análisis Físico de la Vainas de Tara	166
Tabla 5.2. Análisis Fisicoquímico de la Harina de Tara.....	167
Tabla 5.3. Rendimientos de extracción del extracto tánico de tara	168
Tabla 5.4. Análisis Fisicoquímico del Extracto Tánico Concentrado	168
Tabla 5.5. Longitud de onda vs Absorbancia	169
Tabla 5.6. Concentración vs Absorbancia para Polifenoles Totales.....	171
Tabla 5.7. Concentración vs Absorbancia para Polifenoles Residuales	173
Tabla 5.8. Resultados preliminares del proceso	176
Tabla 5.9. Resultados de los rendimientos del producto final según el arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del método de Taguchi	178
Tabla 5.10. Efecto de los factores principales sobre la Media del rendimiento del producto final	180
Tabla 5.11. Efecto de los factores principales sobre la relación S/R del rendimiento del producto final.....	181

Tabla 5.12. Análisis de varianza para el rendimiento del producto final	186
Tabla 5.13. Análisis de varianza para la relación S/R del rendimiento del producto final	187
Tabla 5.14. Factores y niveles que proporcionan el mayor rendimiento del producto final	189
Tabla 5.15. Resultados del Rendimiento del producto final y Degradación térmica de taninos según el Diseño Central Compuesto Rotable de la Metodología de Superficie de Respuesta	190
Tabla 5.16. Análisis de Varianza para el Rendimiento del producto final ...	193
Tabla 5.17. Coeficiente del modelo matemático para el Rendimiento del producto final	194
Tabla 5.18. Análisis de Varianza para la Degradación térmica de Taninos	196
Tabla 5.19. Coeficiente del modelo matemático para la Degradación térmica de taninos	197
Tabla 5.20. Resultados de soluciones óptimas del proceso	198
Tabla 5.21. Valores observados para el Rendimiento del producto final	201
Tabla 5.22. Valores observados para la Degradación térmica de Taninos.	202
Tabla 5.23. Resultados de la Prueba t	203
Tabla 5.24. Promedio del Análisis Físicoquímico de Extracto Tánico Atomizado de Tara (100g)	204
Tabla 5.25. Análisis Microbiológico del Extracto Tánico Atomizado Óptimo	206

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Árbol de Tara (<i>Caesalpinia spinosa</i> (Molina) Kuntze)	22
Figura 2.2. Biotipos de las vainas	26
Figura 2.3. Biotipos de las semillas.....	26
Figura 2.4. Partes botánicas del fruto de la Tara	29
Figura 2.5. Distribución Geográfica de la Tara en Perú	32
Figura 2.6. Taninos hidrolizables	45
Figura 2.7. Estructura química de los taninos hidrolizables.....	46
Figura 2.8. Estructura química de los Galotaninos.....	48
Figura 2.9. Enlaces depsídicos de los galotaninos	49
Figura 2.10. Estructura química de los Elagitaninos	50
Figura 2.11. Estructura de Flavan - 3,4 – Diol.....	53
Figura 2.12. Estructura del tanino de Tara.....	54
Figura 2.13. Secador por Aspersión	61
Figura 2.14. Fenómeno de “Stickiness”	72
Figura 2.15. Estructura General de una Microcápsula	79
Figura 2.16. Estructura de la Maltodextrina	84
Figura 2.17. Análisis de Gráficas Factoriales	95
Figura 2.18. Gráfica Tridimensional de Superficie de Respuesta	97
Figura 2.19. Gráfica de Contorno de una Superficie de Respuesta	97

Figura 2.20. Contornos de primer orden y trayectoria del ascenso más pronunciado.....	100
Figura 2.21. DCC para 2 y 3 factores.....	102
Figura 2.22. Función de deseabilidad individual para la maximización de una respuesta.....	106
Figura 2.23. Función de deseabilidad individual para la minimización de una respuesta.....	107
Figura 2.24. Función de deseabilidad para la obtención de un nivel específico de una respuesta.....	108
Figura 4.1. Características de la materia prima.....	147
Figura 4.2. Harina de Vaina de Tara.....	149
Figura 4.3. Flujo de proceso para la obtención de Harina de Tara.....	150
Figura 4.4. Extracto Tánico Concentrado.....	154
Figura 4.5. Adición del agente encapsulante	155
Figura 4.6. Flujo de proceso para la obtención del extracto tánico concentrado encapsulado.....	156
Figura 4.7. Secador por atomización escala piloto M1 Spray Drier Labtex	157

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 5.1. Curva Espectral de Polifenoles Totales	170
Gráfico 5.2. Curva de Calibración para Polifenoles Totales	172
Gráfico 5.3. Curva de calibración para Polifenoles Residuales	173
Gráfico 5.4. Efectos de los factores principales sobre el promedio del rendimiento del producto final.....	182
Gráfico 5.5. Efecto de los factores principales la sobre el promedio la relacion S/R	183
Gráfico 5.6. Efectos de interacción sobre el promedio del rendimiento del producto final.....	184
Gráfico 5.7. Superficie de Respuesta de la Función de Deseabilidad Global D	199
Gráfico 5.8. Contornos de la Función de Deseabilidad GlobalD.....	200

INDICE DE ANEXOS

Anexos 1. Flujo de proceso de secado por atomización del extracto tánico de tara	245
Anexo 2. Matriz Experimental para la Optimización del Proceso de Secado por Atomización del Extracto Tánico de Tara.....	246
Anexo 3. Datos Técnicos del Equipo Atomizador modelo "M1 Spray Drier Labtex"	247
Anexo 4. Tratamientos para la determinación de la longitud de onda máxima	248
Anexo 5. Concentración de los reactivos para la construcción de la Curva de Calibración de los Polifenoles Totales	248
Anexo 6. Concentración de los reactivos para la construcción de la Curva de Calibración de Polifenoles Residuales	249
Anexo 7. Diluciones y reacciones para la determinación de los polifenoles de las muestras en forma de extracto	250
Anexo 8. Diluciones y reacciones para la determinación de los polifenoles de las muestras en forma de polvo	251
Anexo 9. Fotografías de las extracciones obtenidas en el proceso de extracción de Taninos de Tara.....	252
Anexo 10. Lecturas de absorción por triplicado para la construcción de la Curva Espectral de máxima absorción para Polifenoles Totales.....	253
Anexo 11. Flujo para la Construcción de las Curvas de Calibración	254

Anexo 12. Lecturas de absorción por triplicado para la construcción de la Curva de Calibración para Polifenoles Totales	255
Anexo 13. Lecturas de absorción por triplicado para la construcción de la Curva de Calibración para Polifenoles Residuales	256
Anexo 14. Fotografías de la presencia de los fenómenos de adhesión y cohesión durante las Pruebas Preliminares	257
Anexo 15. Caracterización Físicoquímica del Extracto Tánico alimentado al secador según tratamiento en el Diseño Experimental de Taguchi.....	258
Anexo 16. Registro del rendimiento obtenido por triplicado del extracto tánico atomizado de Tara de acuerdo al Diseño Experimental de Taguchi con arreglo ortogonal L27(34)	259
Anexo 17. Mejoramiento del Rendimiento del extracto tánico atomizado empleando el Método Taguchi.....	261
Anexo 18. Caracterización Físicoquímica del Extracto Tánico alimentado al secador según tratamiento en el DCCR de la Metodología de Superficie de Respuesta	262
Anexo 19. Resultados para el rendimiento del producto final según el DCCR de la Metodología de Superficie de Respuesta.....	263
Anexo 20. Resultados para la Degradación térmica de taninos según el DCCR de la Metodología de Superficie de Respuesta.....	264
Anexo 21. Fotografías tomadas durante la caracterización físicoquímica del extracto tánico atomizado de Tara obtenidos bajo condiciones óptimas	265

Anexo 22. Fotografías tomadas del flujo seguido para caracterización microbiológica del extracto tánico atomizado de Tara obtenido bajo condiciones óptimas	266
---	-----

RESUMEN

El objetivo principal de la presente investigación fue determinar la condición óptima del proceso de secado por atomización del extracto tánico de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) que permita maximizar el Rendimiento del producto final (y_1) y a su vez minimizar la Degradación térmica de taninos (y_2), empleando los métodos de Taguchi y Superficie de Respuesta, teniendo como factores de estudio, la Temperatura del aire de secado ($F1$), Velocidad del aire de secado ($F2$), Velocidad de alimentación ($F3$) y Concentración de encapsulante ($F4$).

Se establecieron cuatro etapas de estudio. En la Etapa I, mediante pruebas preliminares, se determinó como variable de respuesta prioritaria para su estudio en la siguiente etapa, al Rendimiento del producto final (y_1). En la Etapa II, se determinaron los factores significativos que influían sobre el mejoramiento de y_1 , asimismo, los niveles donde la variabilidad del proceso fue la menor empleándose el arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del Método de Taguchi. El ANOVA determinó que los factores, $F2$ y $F3$ presentaron un efecto significativo ($p < 0,05$) sobre y_1 , mientras que $F1$ y $F4$ no tuvieron un efecto significativo ($p > 0,05$). En las etapas posteriores se estudiaron y_1 y y_2 en conjunto. En la Etapa III, se fijaron los factores $F2$ y $F3$ en sus niveles

determinados en la etapa II, los cuales garantizaban buenos rendimientos y estabilidad del proceso. Con los factores, Temperatura del aire de secado (A) y Concentración de encapsulante (B) se estimaron los modelos matemáticos de y_1 y y_2 mediante el Diseño Central Compuesto Rotable (DCCR) con arreglo factorial 2^2 y 5 puntos centrales de la Metodología de Superficie de Respuesta (MSR). Según el ANOVA, los modelos ajustados para y_1 y y_2 tuvieron efectos significativos ($p < 0,05$) con R^2 ajustado de 87,26% y 97,03% respectivamente. En la Etapa IV, se determinó la condición óptima del proceso que maximizó y_1 y que a la vez minimizó y_2 , mediante la Función de Deseabilidad Global (D) de la técnica de Optimización de Respuestas Múltiples, teniendo como resultado, la Temperatura del aire de secado de 160,80°C, Velocidad del aire de secado de 5,0m/s, Velocidad de alimentación de 0,16l/h y Concentración de encapsulante de 40%p/p, obteniéndose bajo estas condiciones un promedio máximo del Rendimiento del producto final de 59,38%, un promedio mínimo de Degradación térmica de taninos de 5,34% y una Deseabilidad Global (D) de 0,925.

Palabras Claves: Extracto tánico de Tara, taninos, Secado por atomización, Arreglo Ortogonal, Método Taguchi, Metodología de Superficie de Respuesta (MSR), Diseño Central Compuesto Rotable (DCCR), Optimización de Respuestas Múltiples, Deseabilidad Global (D).

ABSTRACT

The main objective of this research was to determine the optimum condition of spray-drying tannin extract of pods of Tara (*Caesalpinia spinosa*) to maximize the performance of the final product (y_1) and minimize thermal degradation of tannins (y_2) using Taguchi and Response Surface methods, with the factors of study, inlet air temperature (F1), drying air speed (F2), feed rate (F3) and encapsulant concentration (F4).

Four phases of study were established. Phase I, by preliminary tests, the performance of the final product (y_1) was determined as priority response variable for consideration at the next stage. Phase II, the significant factors influencing improving (y_1), and the levels at which the variability of process was the lowest were determined, employing $L_{27}(3^4)$ orthogonal array of the Taguchi Method. The ANOVA showed that the factors F2 and F3 had significant effects ($p < 0,05$) on (y_1), while F1 and F4 had no significant effects ($p > 0,05$). In later phases, the (y_1) and (y_2) were studied together. In Phase III, F2 and F3 factors were set in their levels determined in phase II, which ensured good yields and process stability. The factors, inlet air temperature (A) and encapsulant concentration (B) were studied to fit the mathematical models of (y_1) and (y_2) by Central Composite Rotatable Design

(DCCR) with 2^2 factors and 5 central points of the Response Surface Methodology. According to the ANOVA, the (y_1) and (y_2) showed significant effects ($p < 0,05$) with adjusted R^2 of 87,26% and 97,03% respectively. In Phase IV, the optimal process condition that maximized (y_1) and minimized (y_2) simultaneously through Global Desirability function (D) that is an optimization technique of Multiple Responses, when the optimal condition had 160,80°C of inlet air temperature, 5,0m/s of drying air speed, 0,16 l/h of feed rate and 40%w/w of concentration of encapsulant, obtained under these conditions a maximum average yield of the final product of 59,38%, a minimum average thermal degradation of tannins of 5,34% and a Global Desirability (D) of 0,925.

Keywords: Tara tannin extract, tannins, spray drying, Orthogonal Arrangement, Taguchi Method, Response Surface Methodology (RSM), Central Composite Rotatable Design (CCRD), Optimization of Multiple Responses, Global Desirability (D).

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACIÓN

1.1. Identificación del problema

Uno de los problemas asociados con el proceso de secado por atomización es que es muy difícil predecir la calidad del producto final, ya que ésta dependerá directamente de las condiciones de operación del proceso de secado por aspersion (caudal del líquido de entrada, temperatura y humedad del aire de entrada y de salida, caudal de aire de secado y la aspiración), generándose diferentes grados de pérdidas de compuestos activos; por tanto, el control de estas condiciones de procesamiento, resulta extremadamente importante, si se busca obtener un producto final de especificaciones de calidad predefinidas (Yanza, E., 2003; Bhandari, B., 2008; Chegini y Ghobadian, 2007).

Otro problema asociado con el proceso de secado por atomización, es la pegajosidad ("stickiness") y la elevada higroscopicidad del producto obtenido. El término "stickiness" hace referencia a los fenómenos de cohesión partícula-partícula y de adhesión partícula-pared que presentan los polvos obtenidos, que dificulta su presentación en estado

de polvo y mancha las paredes de los cilindros de pulverización. Al quedar en la pared del compartimiento de secado como un jarabe da lugar a bajos rendimientos en la recuperación del producto, y a problemas operacionales. Este fenómeno es muy común en el proceso de secado de extractos de plantas, debido a su alta concentración de azúcares; por lo que el uso de coadyuvantes de secado, antes del proceso de secado es casi obligatorio, con el fin de mejorar las propiedades y rendimiento del producto final (Bhandari y Howes, 1999; Chu y Chow, 2000; Lozano, 2009; Teixeira H., 1996).

1.2. Formulación del problema

¿La aplicación de los métodos de Taguchi y de Superficie de Respuesta, permiten optimizar las condiciones del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*)?

1.3. Objetivos de la investigación

1.3.1. Objetivo General

Determinar la condición óptima del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*), aplicando los métodos de Taguchi y Superficie de Respuesta.

1.3.2. Objetivos Específicos

- Determinar la condición del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*) que mejoren el rendimiento del producto final y reduzcan la variabilidad del proceso aplicando el Método de Taguchi.
- Estimar los modelos matemáticos del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*), que mejor se ajusten al rendimiento del producto final y a la degradación térmica de taninos aplicando la Metodología de Superficie de Respuesta.

- Determinar la condición óptima del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*) que permitan maximizar el rendimiento del producto final y minimizar la degradación térmica de taninos mediante la Función de Deseabilidad Global (D).

1.4. Justificación

En la industria de los alimentos, es frecuente la coexistencia entre las características de calidad que son críticas tanto para la empresa como para el cliente, lo cual ocasiona el dilema de a cuál de ellas se debe priorizar. Muchos parámetros son definidos en función a la productividad de la empresa, dejando de lado las características de calidad para el cliente, en un segundo plano. Por ello, es necesario aplicar metodologías que nos permitan conjugar y dar soluciones de manera simultánea a ambas exigencias: Elaborar productos de alta calidad para el cliente, pero sin afectar negativamente a la empresa. En tanto, el desarrollo de la presente investigación se justifica porque:

- a) La optimización de un proceso, como el motivo de la investigación, permite mejorar la productividad de una empresa debido a una más eficiente y eficaz utilización de los recursos que dispone.

- b)** La competitividad de los tiempos actuales exige que las empresas incrementen su productividad en función de los diferentes factores de producción de manera que se genere bienes o servicios competitivos en calidad, costes y tiempo de entrega.
- c)** Durante el proceso de deshidratado por atomización se conjugan diversos fenómenos físicos que afectan a los componentes biológicos del alimento, los cuales deben ser cuidadosamente manipulados para evitar ocasionar pérdidas en su contenido biológico, que merman su calidad, y pérdidas de tiempo que ocasionan excesivo consumo de energía lo cual conlleva a un incremento en los costes y efectos negativos en la economía de la empresa.
- d)** Si bien es cierto que la presentación, apariencia y calidad sensorial de los productos son muy importantes, en la actualidad el consumidor está exigiendo características y atributos como las propiedades antioxidantes y los efectos beneficiosos que los alimentos pueden brindar a su salud; y durante el proceso de deshidratación se pueden eliminar o desnaturalizar muchas de las vitaminas y otros componentes termolábiles bioactivos de la tara como son los taninos; por ende, existe necesidad de determinar las

condiciones de cada una de las variables que intervienen en el proceso de atomización para obtener alimentos funcionales de excelente calidad y aceptados por el cliente.

1.5. Importancia

La presente investigación es importante porque:

- a) El conocimiento de las condiciones y variables que intervienen en el proceso de atomización serán utilizados por las empresas para incrementar la calidad de su producto y reducir sus costes operativos.

- b) Los resultados de la investigación estarán a disposición de los profesionales de la industria alimentaria y farmacéutica para diseñar procesos y nuevos productos que beneficien a la salud de los consumidores.

- c) Permitirá tener las bases tecnológicas para mejorar los controles del proceso de atomización y del producto deshidratado, a partir de las que se puedan implementar controles a otros productos similares y posteriormente traslaparlos a diferentes productos deshidratados.

CAPITULO II

MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes de la Investigación

Bravo (2010). En el presente trabajo de investigación se estudió la extracción de los taninos de la harina de tara (*Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze) empleándose la metodología Taguchi y Superficie Respuesta (MSR). Utilizando la metodología Taguchi con un arreglo ortogonal $L_4(2^3)$ se evaluó el efecto de tres variables en la extracción de los taninos: Relación materia prima/solvente (m/v), Temperatura (°C) y Tiempo (h) considerando al agua como solvente de extracción. La temperatura y tiempo presentaron una influencia significativa en la extracción de taninos. Para la etapa de optimización de la extracción se empleó el Método Superficie Respuesta (MSR) mediante el Diseño Compuesto Central Rotable (DCCR), con 13 tratamientos realizados por triplicado y con cinco replicas en el punto central; obteniéndose el modelo matemático: $\text{Taninos hidrolizables (\%)} = 306,85 + 7,51 \cdot \text{Temperatura} - 32,46 \cdot \text{Tiempo} - 0,075 \cdot \text{Temperatura}^2 + 0,036 \cdot \text{Temperatura} \cdot \text{Tiempo} + 5,97 \cdot \text{Tiempo}^2$. El MSR dio como resultado de la máxima recuperación de taninos hidrolizables de la tara fue de

473,4mg Ác. Gálico equivalente/g (b.s), bajo las siguientes condiciones: solvente agua, pH de extracción 3,5; relación materia prima solvente 1/60, temperatura 57,9°C y tiempo 0,58h. En estas condiciones de extracción, se encontró que el contenido de compuestos fenólicos totales fue similar al valor encontrado para galotaninos lo que demuestra que en las vainas de tara los compuestos fenólicos son mayoritariamente galotaninos.

Bringas–Antigua, M. y J. Pino (2012). Optimizó el proceso de microencapsulación de aceite esencial de lima. Seleccionó un diseño de Superficie de Respuesta con un modelo factorial de tres niveles con dos factores (modelo 3^2); Temperatura de entrada y temperatura de salida. El intervalo estudiado de temperatura de entrada fue: 180 a 220°C, mientras que para la temperatura de salida fue de 80 a 100°C, siendo las variables de respuesta: Rendimiento, velocidad de evaporación del proceso, eficiencia de encapsulación y retención de saborizante. Las variables de respuesta se maximizaron para calcular los valores óptimos. La adecuación de los modelos obtenidos se evaluó mediante la prueba t de Student para $p \leq 0,05$. La prueba fue dirigida para comparar los valores experimentales con los valores predichos por el modelo en cuestión. Se empleó el programa Design - Expert ver. 7.1.5 del 2008 (Stat-Ease, Inc., Minneapolis). Se obtuvo que los tres modelos

matemáticos para las variables de respuesta (Rendimiento, velocidad de evaporación del proceso, eficiencia de encapsulación y retención de saborizante). En el modelo obtenido para el rendimiento resultó significativa sólo la temperatura de entrada del aire, resultando el coeficiente lineal de este factor con signo positivo por lo que puede afirmarse que un aumento de este factor favoreció el aumento del rendimiento. Las condiciones óptimas para la microencapsulación del aceite esencial de lima, a las cuales se lograron los mejores resultados para cada variable de respuesta evaluada fueron 220°C de temperatura de aire de entrada y 85°C de temperatura de aire de salida, obteniéndose 84,9% de rendimiento, 7,7kg/h de velocidad de evaporación, 95,7% de retención de saborizante y 99,9% de eficiencia de encapsulación.

Chegini y Ghobadian (2007). Estudió las condiciones óptimas para el secado por atomización de Jugo de Naranja. Empleó el equipo atomizador a escala de laboratorio modelo Büchi. El diseño empleado fue un el Diseño Completamente al Azar (DCA) con 48 tratamientos realizados por triplicado. Las variables y niveles estudiadas fueron: Temperatura de aire de secado (130°C, 140°C y 150°C), tipo de agente encapsulante (maltodextrina y glucosa líquida) y velocidad de alimentación (15ml/min, 20ml/min y 25ml/min). Se evaluó el efecto de

los parámetros de operación en el rendimiento y la temperatura de transición vítrea para el jugo de naranja en polvo. Los resultados del análisis estadístico de los datos experimentales muestran que los parámetros de temperatura del aire de entrada y la velocidad de flujo de alimentación tienen efecto significativo sobre el rendimiento. También con la adición de glucosa líquida, las condiciones óptimas obtenidas fueron: flujo de alimentación de 15ml/min, temperatura del aire de entrada de 130°C y temperatura de aire de salida de 85°C. Para el polvo atomizado de naranja que presentó 2% de humedad, la temperatura de transición vítrea fue de 44°C.

Gallo, L. et al. (2011). Evaluó el impacto de las condiciones de operación (CO) del secado por atomización sobre la calidad de un extracto vegetal seco medicinal (EVSM) de Cáscara sagrada (*Rhammus purshiana*) utilizando un diseño factorial fraccionado 2^{5-1} . El secado por atomización se realizó en un equipo Büchi B-290 Mini Spray Dryer y se utilizó dióxido de silicio coloidal como soporte. Por medio del diseño factorial fraccionado 2^{5-1} se estudiaron las cinco CO del secador a dos niveles cada una: Temperatura de entrada del aire de secado (130°C y 170°C), caudal de aire de atomización (400l/h y 800l/h), caudal de bombeo (1ml/min y 3ml/min), velocidad de aspiración del aire de secado (80% y 100%) y concentración de la dispersión (5,59%p/p y

7,32%p/p, con una proporción de 0,5:1 y 1:1 dióxido de silicio coloidal/residuo sólido, respectivamente). Se estudió el efecto de las de las diferentes CO sobre el ángulo de reposo e índice de Carr (ambos indicadores de fluidez), contenido de humedad, higroscopicidad, temperatura de salida, rendimiento del proceso, diámetro volumétrico promedio y morfología de las partículas de los EVSM obtenidos. Se realizó la cuantificación espectrofotométrica del/los principio/s activo/s del EVSM de Cáscara sagrada que presentó las mejores propiedades de flujo. El diseño empleado permitió conocer las variables más significativas sobre las respuestas analizadas e identificar de forma rápida y simple las combinaciones de CO que produjeron un EVSM de Cáscara sagrada adecuado para su empleo como forma farmacéutica. La concentración de soporte (encapsulante) resultó un efecto principal en todas las respuestas estudiadas. La concentración más alta junto con el nivel bajo del caudal de atomización produjeron buenos valores de ángulo de reposo e índice de Carr, mayor tamaño de partícula y disminuyeron el contenido de humedad e higroscopicidad. Los rendimientos obtenidos se encontraron entre un 55 y 86%, valores muy buenos para un secador de escala laboratorio, lo cual supone mejores rendimientos a nivel industrial.

Larrauri, J. et al. (1997). Estudiaron el efecto de la temperatura de secado (60, 100 y 140°C) sobre el contenido de los polifenoles, taninos condensados y la actividad antioxidante del orujo de las cáscaras de uva roja. Las muestras liofilizadas se utilizaron como referencia. Se evaluaron las diferencias en el color CIE-LAB, el total de polifenoles totales extraíbles, taninos condensados, los espectros UV-vis, y la actividad antioxidante. Se definió que los polifenoles extraíbles y los taninos condensados (proantocianidinas) no presentan un cambio significativo durante el proceso de secado con aire caliente de cáscara de uva roja a una temperatura de deshidratación de 60°C. A diferencia del resultado anterior, cuando se lleva a cabo el mismo proceso de secado a una temperatura de 100°C y 140°C, se observó una reducción significativa en los polifenoles extraíbles totales (18,6 y 32,6%) y taninos condensados (11,1 y 16,6%), así como una disminución del 28 y 50% en la actividad antioxidante de las muestras, respectivamente, aumentando la pérdida conforme aumenta la temperatura de secado. El resultado anterior sugiere que los polifenoles son más sensibles al tratamiento térmico que los taninos condensados.

León, F., et al. (2010). Estudió el secado por aspersion de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y su efecto en las propiedades reológicas de los polvos reconstituidos. Empleó extractos acuosos de mucílago de

O. ficus indica, los cuales se secaron en un atomizador a escala piloto sin la adición de agentes de secado. Un diseño factorial 2^3 con tres puntos centrales fue implementado para el estudio. Los efectos de la temperatura de aire a la entrada del secador (T_e), la velocidad de flujo de alimentación de mucílago (F_a), y la velocidad de atomización (V) sobre las propiedades reológicas (elásticas y viscosas), así como en la distribución de tamaño de partícula de las disoluciones reconstituidas de mucílago a diferentes concentraciones fueron evaluados. Adicionalmente, los efectos de las condiciones de secado por aspersión en las propiedades de los polvos densidad aparente, contenido de humedad residual, y rendimiento de polvos se consideraron. Se concluyó que la velocidad de alimentación presentó una relación inversa con la recuperación de polvos. Las mejores condiciones de secado encontradas para producir polvos de mucílago de bajo contenido de humedad, alta densidad aparente, rendimiento y propiedades reológicas aceptables fueron con una $T_e = 130^\circ\text{C}$, un $F_a = 2,3 \text{ L/h}$, y una $V = 21000\text{rpm}$.

López et al. (2006). Estudió la influencia de la adición de aditivos sobre el rendimiento del proceso de secado por aspersión de extracto acuoso de *Calendula officinalis* L. Los coadyuvantes de secado empleados fueron almidón y maltodextrina. Se empleó un diseño experimental

multinivel donde se analizó como factor el aditivo utilizado para el secado en 5 niveles, 2 con maltodextrina DE 10 (AMIDEX) en concentraciones de 15% y 20% respecto a los sólidos totales del extracto y 3 con almidón soluble p.a (Merck) en concentraciones de 10%, 15% y 20% respecto a los sólidos totales del extracto. Se emplearon las temperaturas de entrada y salida de 100°C y 60°C, respectivamente. En el caso de la maltodextrina se adicionó directamente a los extractos y se mezcló, para almidón soluble se preparó previamente una solución al 6% con ayuda de calor y luego se adiciono al extracto. Luego se realizar el secado se determinó el rendimiento para todos los tratamientos. Inicialmente se realizaron pruebas preliminares sin la adición de aditivos, donde se observó la ocurrencia del fenómeno de adhesión y cohesión del extracto ocasionando un bajo rendimiento de 28%. Para el almidón soluble el mayor rendimiento se obtuvo con 15% y para la maltodextrina el máximo se alcanzó con 20%. Se observa que no existen diferencias significativas entre las concentraciones a las que se obtiene el máximo rendimiento, pero si entre el resto y ellas. En este caso se decidió continuar el trabajo con 15% de almidón soluble por afectar en menor proporción la composición final del extracto seco. Finalmente, se concluyó que el uso de aditivos en el proceso de secado por aspersion

del extracto de *C. officinalis*, favorece la elevación del rendimiento, permitiendo alcanzar valores superiores al 90%.

López et al. (2008). Evaluó el secado por aspersion del extracto acuoso de *Bidens alba L.* a escalas de laboratorio y banco. El objetivo fue determinar la concentración necesaria de encapsulantes, que permita lograr el mayor rendimiento en el secado por aspersion de extracto acuoso de *B. alba*, así como el nivel de banco para evaluar la reproducibilidad del procedimiento de secado en escalas superiores. Se empleó un secador de aspersion de laboratorio (Modelo Büchi B 191, Flawil, Switzerland) con un flujo de aire y alimentación en paralelo, a una temperatura de entrada del aire, de 100°C y 120°C, y una temperatura de salida del aire de 60°C y 80°C. El flujo de aire de atomización se mantuvo entre 600L/h y el aspirador en 100%. Previo al estudio de secado, se realizó una prueba preliminar de secado del extracto sin emplear aditivos, utilizando las temperaturas de entrada y salida de 100°C y 60°C, respectivamente. Se emplearon los encapsulantes almidón soluble p.a (Merck), Aerosil 200 y maltodextrina DE 10. Durante las pruebas preliminares se observó se observó la adhesión de una capa de producto sobre las paredes del ciclón, por lo que no se obtuvo recuperación de polvos. Se demostró la factibilidad del uso de la mezcla de almidón soluble y Aerosil 200V al obtenerse un

rendimiento superior que cuando se emplea sólo almidón soluble. Se evidenció la superioridad del rendimiento alcanzado con el juego de temperaturas de 120°C y 80°C, lo que corresponde a la temperatura de entrada y de salida respectivamente. Se puede concluir que el uso de aditivos en el proceso de secado por aspersión del extracto de *B. alba* favorece la obtención de polvo a partir del extracto. Los resultados obtenidos a escala de banco demuestran la reproducibilidad del procedimiento desarrollado en la escala de laboratorio.

Lozano, M. (2009). Determinó las condiciones adecuadas del proceso de secado por atomización del zumo del fruto de *Opuntia stricta* que mejoraron el rendimiento y características del producto. Se realizaron pruebas preliminares para la determinación del mejor encapsulante y la relación encapsulante/zumo a emplearse en el secado del zumo de *Opuntia stricta*. Los encapsulantes estudiados fueron fructooligosacaridos (Beneo P95), inulinas y maltodextrinas; se obtuvo que al emplear encapsulante Beneo P95 en la relación encapsulante/zumo de 0,9 se obtuvieron los mayores rendimientos del producto. Asimismo, se concluyó que la adición de encapsulantes mejoró el rendimiento del producto en todos los casos (manteniendo una relación directa). Seguidamente se estudió el efecto de la atomización atendiendo a los dos parámetros fundamentales que la

condicionan: El caudal de líquido de entrada (bomba al 30, 40 y 50%) y el caudal de aire de atomización (rotámetro a 3, 4 y 5cm). La bomba al 30%, 40% y 50% significa caudales de 5, 7 y 9ml/min, respectivamente. Las alturas del rotámetro a 3cm, 4cm y 5cm, significan caudales de aire de 357, 473 y 601l/h, respectivamente. Además se estudió el efecto de la temperatura del aire de secado para dos valores 160 y 200°C. La relación ayudante de secado, Beneo P95/zumo, empleada en estos estudios se mantuvo en 0,90. Para optimizar estos parámetros se planteó un diseño de experimentos por análisis factorial. El análisis factorial se dividió en dos partes, en la primera se abordaron cinco ensayos a una temperatura de 160°C, variando el caudal del líquido de entrada y el caudal del aire de atomización. En la segunda parte se realizaron 5 experimentos con las mismas condiciones de atomización, pero a una temperatura de 200°C. De esta manera se pudo hacer la comparación de resultados entre ambas temperaturas. Las condiciones de secado de atomización que se mantuvieron constantes fueron: Caudal de aspiración: 90%, la muestra líquida a atomizar se preparó mezclando encapsulante, zumo y agua, la concentración final de zumo fue del 10% (v/v). Se observó que el rendimiento del producto en el proceso de secado por atomización se encontró influenciado fundamentalmente por el caudal de la bomba de alimentación, de forma que el rendimiento aumenta al disminuir el caudal (manteniendo una

relación inversa). El caudal de aire de atomización muestra menor influencia en el rendimiento en peso, si bien mejora este valor con los caudales de aire más altos (manteniendo una relación directa). Se obtuvieron rendimientos muy bajos del producto al trabajarse con la bomba a 50%, ya que el caudal fue demasiado alto para la temperatura de 160°C, y el producto no se secó correctamente. Se encontró que al aumentarse el caudal de alimentación (50%) es necesario trabajar a mayores temperaturas de secado (200°C) para lograrse el secado total de todo del fluido. Los valores más altos de rendimiento del producto se obtuvieron a una Temperatura de secado de 160°C, Caudal de alimentación de 7ml/min y caudal de aire de atomización de 473l/h, obteniéndose un rendimiento alrededor de 55%.

Martins A. et al. (2003). Se evaluó la actividad anti-úlceras, proporcionada por su contenido de taninos en extractos secos atomizados de *M. ilicifolia*, la cual fue ensayada por vía oral en ratas machos Wistar. La indometacina fue usada como sustancia ulcerogénica y la cimetidina como sustancia control. Los extractos acuosos fueron preparados por infusión, manteniéndose una proporción planta seca: líquido extractivo de 1:10 (p/V). De este extracto, con un residuo seco igual al 2,40% (p/p), fueron preparados dos extractos secos por atomización y un tercero por liofilización. El primer extracto

seco atomizado (ESN1) fue obtenido sin uso de adyuvantes del proceso. El segundo extracto atomizado (ESN2) fue obtenido utilizando 20 partes de dióxido de silicio coloidal para cada 80 partes de residuo seco. El extracto liofilizado (ESL) fue preparado para fines de comparación entre los extractos. El contenido de taninos totales fue calculado de acuerdo con el método de Folin-Denis, con algunas modificaciones. Los extractos ESN2 y ESL demostraron una buena actividad contra la úlcera, ocurriendo una disminución del 77% de la superficie lesionada. De modo opuesto, con el extracto ESN1 no fue detectada una actividad que fuera estadísticamente significativa ($p = 0,05$). Los resultados indicaron que el atomizado sin coadyuvante de secado fue el que produjo el menor grado de protección (40,1%) mientras que el atomizado con coadyuvante (dióxido de silicio) y el liofilizado mostraron una alta actividad antiulcerogénica (76,7% y 73,5% respectivamente). La menor actividad del primer atomizado sin coadyuvante se asoció a la desnaturalización de los taninos causada por la exposición a altas temperaturas durante el proceso de secado, incluso cuando ésta ocurre durante un corto período de tiempo, lo cual es congruente con el contenido de taninos totales determinados espectrofotométricamente, que fue un 27% menor para este extracto.

Zalacain, A. (2001). Estudió las condiciones más apropiadas para el proceso de secado por atomización del extracto atomizado de Zumaque (*Rhus coriaria L.*) con el fin de disponer de un extracto de zumaque en estado sólido, que pudiera ser más estable y con un mayor contenido tánico (de naturaleza hidrolizables). Los ensayos se realizaron empleando extractos de zumaque de densidad 22°Be y 26°Be en un equipo atomizador Büchi 190 Mini Spray Dryer, las variables estudiadas fueron: Temperatura de entrada del aire de secado y salida, flujo de aire de secado. En el extracto de 26°Be se mantuvo fijo el flujo de aire (400l/h), la aspiración (7) y el controlador de bomba (7 – 8bar), únicamente se varió la temperatura de secado (116°C, 130°C y 160°C). En el extracto de 21°Be se mantuvo constante el flujo de aire (450l/h) la aspiración (7) y la presión de bomba (7 – 8bar), únicamente se varió la temperatura de secado (160°C y 169°C - 176°C). Todas las muestras se analizaron mediante el método del filtro. Se comprobó que a una temperatura inferior a 116°C el extracto no se secaba y se pegaba en las paredes del equipo con la consiguiente pérdida de materia. A temperaturas superiores (130°C - 160°C) la muestra se secó correctamente obteniéndose un polvo fino de color amarillo. A mayor temperatura de secado fue menor el contenido de humedad de las muestras. En el análisis del contenido de taninos en las muestras analizadas de 130°C y 160°C se obtuvo una degradación de taninos

aunque en pequeñas cantidades. Al partirse de un extracto a 26°Be atomizado a 130°C se obtuvo un producto de mayor calidad que cuando se utilizó una temperatura de 160°C. Se determinó que al encontrarse el extracto más diluido (21°Be) es necesario eliminar mayor cantidad de agua y por lo tanto utilizar temperaturas de atomización más altas 169°C – 176°C.

2.2. Bases Teóricas

2.2.1. Tara

a. Descripción General

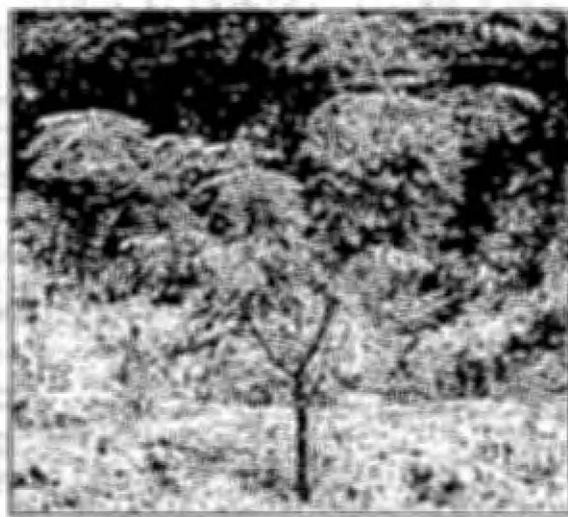
La tara "*Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze", también conocida como "Taya", es una planta originaria del Perú utilizada desde la época prehispánica en la medicina folclórica o popular y en años recientes como materia prima en el mercado mundial de los hidrocoloides y antioxidantes alimenticios (De la Cruz, 2004).

Según Villanueva (2007), se trata de un árbol silvestre originario de la región andina, que normalmente se encuentra aislado, aunque puede también encontrarse asociado con otras especies vegetales

formando bosquetes. Su fruto es una vaina que se recolecta cuando está madura y seca, momento en que adquiere una coloración rojiza (Villanueva, 2007).

La Tara es una especie arbórea perenne, muy resistente en zonas áridas o semiáridas, gracias a su capacidad fijadora de nitrógeno y raíces profundas. Estas características silviculturales y de adaptación a condiciones climáticas adversas, lo convierten en un árbol ideal para sistemas agroforestales y programas de repoblación forestal másica con fines de producción en la región Andina (Altieri y Nicholls, 2000).

Figura 2.1. Árbol de Tara (*Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze)



Fuente: Hidrobo, G., 2011.

Esta especie vegetal posee en forma natural taninos, colorantes, gomas y otros derivados utilizados en la actualidad en la industria farmacéutica, alimenticia, de curtiembre y tintes, entre otras. Estas aplicaciones revelan el potencial que tiene la especie para usos no maderables. (Nieto y Barona, 2007).

b. Ubicación Taxonómica

El nombre de Tara en el Perú, proviene del Aymara, cuyo vocablo “tara” significa achatada o aplanada, asemejándose a la forma de la semilla (REDFOR, 1996). En la Cuadro 1 se presenta la clasificación taxonómica de la Tara, según USDA, 2013.

Etimología: Su nombre científico *Caesalpinia*, hace honor a Andrea Caesalpini (1524-1603), botánico y filósofo italiano y *spinosa* del latín *spinosus-a-um*, que quiere decir “con espinas”.

Sinónimos Científicos: *Caesalpinia tinctoria* (HBK) Bentham ex Reiche, *Poinciana spinosa* Molina, *Caesalpinia pectinata* Cavanilles, *Coulteria tinctoria* HBK, *Tara spinosa* (Molina) Britt. et Rose, *Caesalpinia stipulata* (Sandwith) J.F.

Cuadro 2.1. Clasificación Taxonómica de la Tara

Categorías	Descripción	
Reino	<i>Plantae</i>	Plantas
Subreino	<i>Tracheobionta</i>	Plantas vasculares
Superdivisión	<i>Spermatohyta</i>	Plantas con semilla
División	<i>Magnoliophyta</i>	Plantas con flores
Clase	<i>Magnoliopsida</i>	Dicotiledóneas
Subclase	<i>Rosidae</i>	
Orden	<i>Fabales</i>	
Familia	<i>Fabaceae</i>	Leguminosa
Género	<i>Caesalpinia</i> L.	
Especie	<i>Caesalpiniaspinosa</i> (Molina) Kuntze	Tronco espinoso

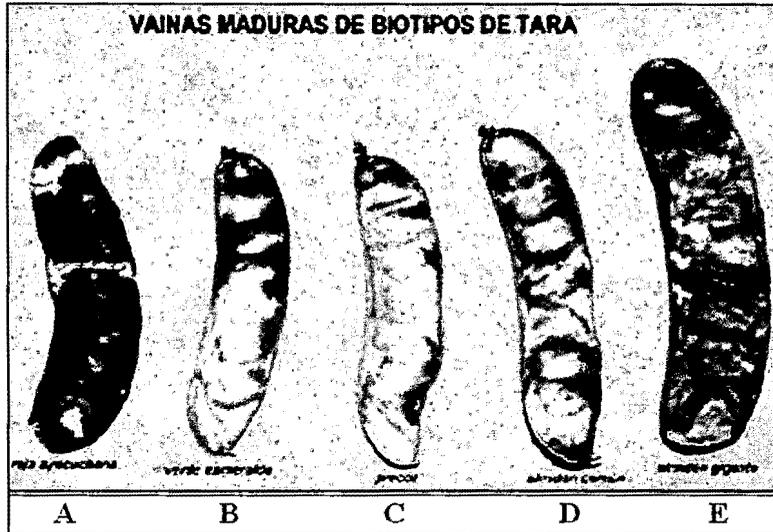
Fuente: USDA, 2013.

Nombres Comunes: Dependiendo de su ubicación geográfica, esta especie a adoptado diferentes nombres tales como: "Tara" o "Taya" en Perú, "Dividivi de tierra fría", "Guarango", "Cuica", "Serrano" o "Tara" en Colombia, "Guarango", "Tara", "Vinillo" o "Vainillo" en Ecuador y "Acacia amarilla" o "Dividivi de los Andes" en Europa (Villanueva, 2007).

Biotipos: En la Región Ayacucho se han descrito varios biotipos diferenciados los que se denominan: Morocho, Roja Ayacuchana, Almidón Corriente, Almidón Gigante, Precoz, Verde Esmeralda (Condeña, 2009). Así mismo, se menciona tres variedades comerciales: Cultivar Morocho, Cultivar Almidón y Cultivar Premium con las características siguientes: el primero, se encuentra en la zona norte, se caracteriza por su gran tamaño pero con bajo contenido de tanino; el segundo se encuentra en la zona sur con mayor nivel de tanino; y el tercero, es una variedad obtenida a partir de una selección masal y multiplicación vía biotecnología o multiplicación clonal. Aunque se indica los términos bajo y alto contenido de taninos no se señala valores de referencia, por otro lado se señala que se está propiciando en los campos la aplicación de material genético tipo Premium que tendría alto contenido de tanino y goma (Villanueva, 2007).

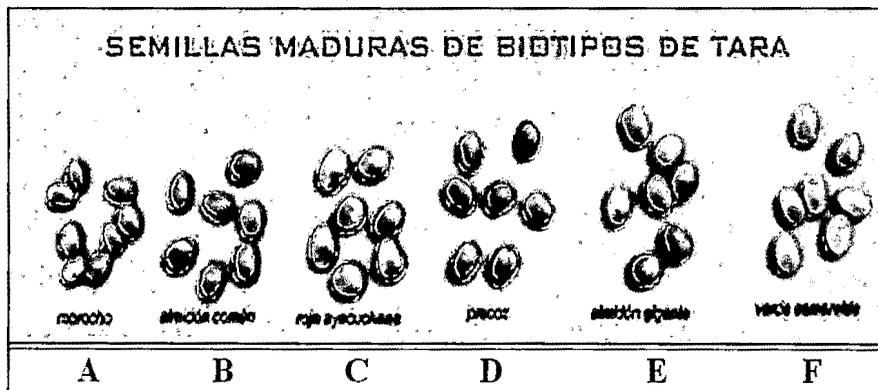
En la Figura 2.2 se muestran los diferentes biotipos de las vainas de tara: Roja Ayacuchana (A), Verde Esmeralda (B), Precoz (C), Almidón Común (D) y Almidón Gigante (E). En la Figura 2.3 se muestran los diferentes biotipos de semillas: Morocho (A), Almidón Común (B), Roja Ayacuchana (C), Precoz (D), Almidón Gigante (E) y Verde Esmeralda (F).

Figura 2.2. Biotipos de las vainas



Fuente: Condeña (2009)

Figura 2.3. Biotipos de las semillas



Fuente: Condeña (2009)

c. Descripción Botánica

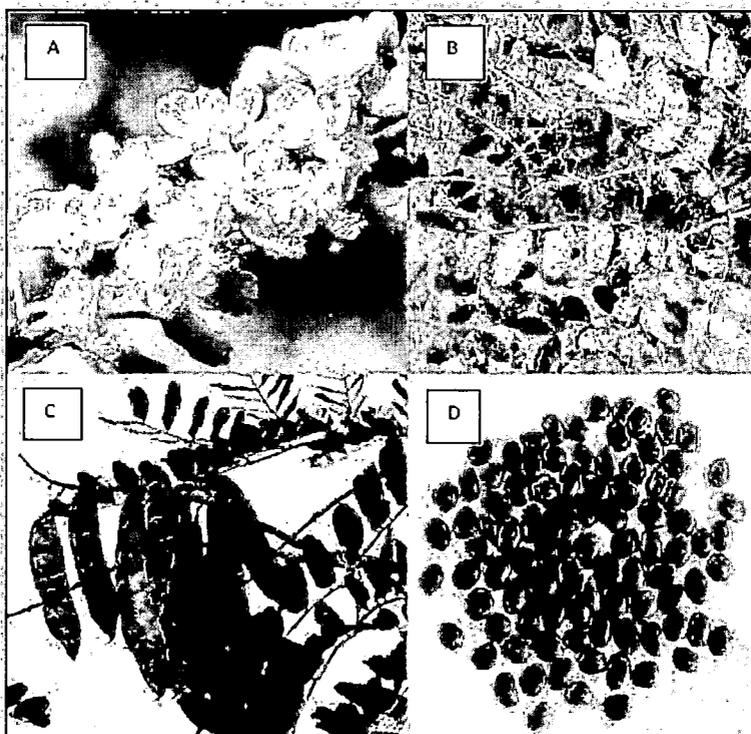
Según De la Cruz (2004), las características botánicas de la tara son las siguientes:

- Es un árbol pequeño, de dos a tres metros de altura, de fuste corto, cilíndrico y a veces tortuoso; su tronco está provisto de una corteza gris espinosa, con ramillas densamente pobladas. En muchos casos las ramas se inician desde la base dando la impresión de varios tallos. La copa de la tara es irregular, aparasolada y poco densa, con ramas ascendentes.
- Sus hojas son en forma de plumas, parcadadas, ovoides y brillante ligeramente espinosa de color verde oscuro y miden 1,5cm de largo.
- Sus flores son de color amarillo rojizo, dispuestos en racimos de 8cm a 15cm de largo.

- Sus frutos son vainas explanadas e indehiscentes de color naranja de 8cm a 10cm de largo y 2cm de ancho aproximadamente, que contienen de 4 a 7 granos de semilla redondeada de 0,6cm a 0,7cm de diámetro y son de color pardo negruzco cuando están maduros.
- Presenta inflorescencia con racimos terminales de 15 a 20cm de longitud con flores ubicadas en la mitad distal. Flores hermafroditas, zigomorfas; cáliz irregular provisto de un sépalo muy largo de alrededor de 1 cm, con numerosos apéndices en el borde, cóncavo; corola con pétalos libres de color amarillento, dispuestas en racimos de 8 a 20cm de largo, con pedúnculos pubescentes de 5cm de largo, articulado debajo de un cáliz corto y tubular de 6cm de longitud, los pétalos son aproximadamente dos veces más grandes que los estambres.

En la figura 2.4 se observa las partes botánicas del fruto de la tara: flor (A), hoja (B), fruto (C) y semillas (D).

Figura 2.4. Partes botánicas del fruto de la Tara



Fuente: Hidrobo, G. (2011)

Cada árbol de tara puede rendir un promedio de 20 a 40kg de vaina cosechándolos dos veces al año. Generalmente, un árbol de tara da frutos a los tres años y si es silvestre, a los cuatro años. Su promedio de vida es de cien años y el área que ocupa cada árbol es de 10 metros cuadrados.

d. Composición Química

En los frutos (vainas y semillas) de la tara se encuentran aceites volátiles, ácidos grasos(lípidos), gomas, antocianinas, esteroides, triterpenoides, flavonoides, resinas, taninos, antracenos, hidratos de carbono (fructosa, glucosa, sacarosa), proteínas y vitaminas, además de iones y minerales como calcio, magnesio, hierro, fósforo, sodio, potasio, cloruros, nitratos y sulfatos (Villar y Villavicencio, 2001). La composición química de los frutos (vainas y semillas), semilla, goma, cáscara y germen de la Tara, se muestra en el Cuadro 2.2.

Cuadro 2.2. Composición Química de la Tara (%)

Componentes	Frutos*	Semilla	Goma	Germen	Cáscara
<i>Humedad</i>	11,70	12,01	13,76	11,91	10,44
<i>Proteína</i>	7,17	19,62	2,50	40,22	1,98
<i>Cenizas</i>	6,24	3,00	0,53	8,25	3,05
<i>Fibra bruta</i>	5,30	4,00	0,86	1,05	1,05
<i>Extracto Etéreo</i>	2,01	5,20	0,48	12,91	0,97
<i>Carbohidratos</i>	67,58	56,17	81,87	25,66	83,56
<i>Taninos</i>	62,00	-	-	-	-
<i>Azúcares</i>	-	-	83,20	-	-
Totales					

Fuente: De la Cruz (2004)

En el Cuadro 2.2, al hacerse mención a los frutos (*), éstos abarcan a las vainas y semillas. Sin embargo el contenido de taninos (62%) corresponde únicamente a las vainas de Tara.

e. Distribución Geográfica y Producción

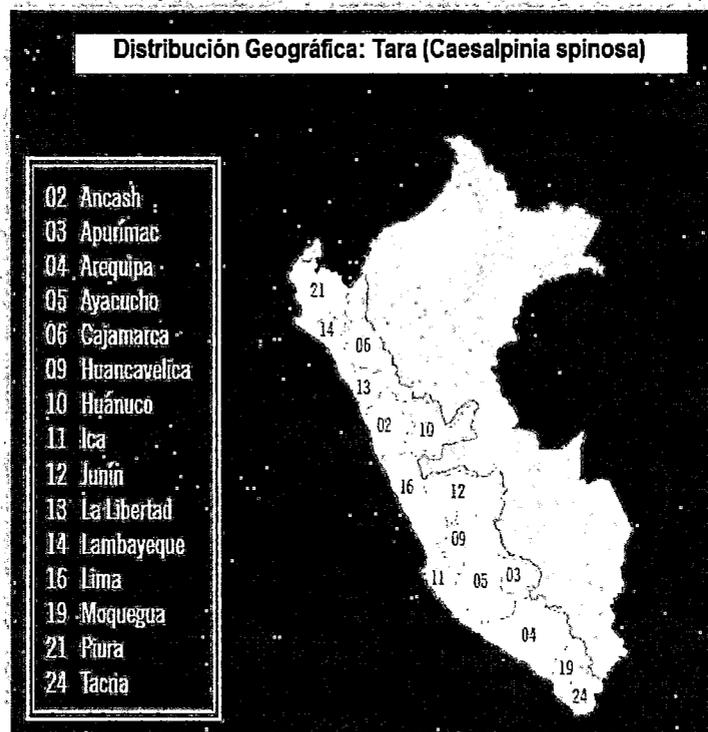
La Tara se distribuye entre los 4° y 32° Sur, abarcando diversas zonas áridas, en Venezuela, Colombia, Ecuador, Perú, Bolivia hasta el norte de Chile (De la Cruz, 2004).

Pulgar (1998) indica que esta especie se encuentra en los flancos occidentales, valles, laderas, riberas de los ríos, y lomas de la vertiente del Pacífico entre los 800 y 2 800 msnm; llegando en algunos casos como en los valles de Apurímac, hasta los 3150 msnm. En los valles interandinos de la cuenca del Atlántico se le encuentra entre los 1 600 y 2 800 msnm.

En la Figura 2.5 se observa la distribución de la Tara en casi toda la costa del Perú, desde Piura hasta Tacna, así como en los valles interandinos de Ancash, Apurímac, Arequipa, Ayacucho, Cajamarca, Huancavelica, Huánuco y Junín (PROMPERU, 2013).

El Perú es el país que tiene mayor área con bosques de Tara, con el 80% de la producción mundial, seguido muy lejos por Bolivia, Colombia, Chile, Ecuador y Venezuela (Cabellos 2009).

Figura 2.5. Distribución Geográfica de la Tara en Perú



Fuente: PROMPERU (2013)

La producción de Tara en Perú, viene principalmente de bosques naturales en varias regiones que, en orden de importancia son

Cajamarca, Ayacucho, la Libertad, Huánuco, Apurímac, Ancash y Cusco (Mancero, 2008).

Las zonas de mayor volumen de producción son: En el norte, Cajamarca y en el sur, Ayacucho, debido a su favorable ecología y buena infraestructura de acopio. Los suelos favorables para el cultivo de la Tara son los silíceos y arcillosos que predominan en la cuenca de Ayacucho (Díaz, 2010).

f. Industrialización de la Tara

De la Cruz (2004) menciona que la tara se encuentra en estado silvestre y posee un inmenso potencial médico, alimenticio e industrial, siendo de gran utilidad para la producción de hidrocoloides o gomas, taninos y ácido gálico, entre otros.

El aprovechamiento de los frutos permite obtener numerosos productos de interés. La vaina, que representa el 62% del peso de los frutos, es la que precisamente posee la mayor concentración de taninos que oscila entre 40% y 60%. Estos taninos se utilizan ampliamente en diferentes rubros de la industria (De la Cruz, 2004);

tales como la industria de curtidos y peletería, alimentaria, farmacéutica, entre otras.

En razón de ello, a continuación se detalla los usos de la Tara en las diferentes industrias:

- **Industria de Curtidos y Peletería**

La industria de curtidos y peletería tiene como objetivo la transformación de pieles de animales en cuero, producto resistente e imputrescible, de amplia utilización industrial y comercial. El curtido vegetal utiliza: Extractos de: cortezas, madera, hojas, frutos (Tara), agallas y de raíces (Tara Export, 2010).

En el caso específico de la tara, la presencia de taninos en su sistema, la cual es una sustancia que posee la habilidad de transformar proteínas en productos resistentes a la descomposición, la convierte en un excelente agente curtidor vegetal.

El tanino de la tara es estable a la oxidación y, por consiguiente, ofrece una excelente fotoresistencia; además la tara tiene un color neutral y produce un cuero de color claro, que lo hace bastante adecuado para la elaboración de cueros de dicho tono. Es utilizada para la producción de cueros que se hallan principalmente en prendas de vestir (pieles de cabra y becerro), cuero para muebles, tapicería de automóviles, cueros abatanados, cueros flor para zapatos y tapices (ProFound, 2008).

- **Industria Farmacéutica**

Los preparados a base de drogas ricas en taninos, como las decocciones, son utilizadas en pequeñas dosis para detener hemorragias locales menores, inflamaciones en la cavidad bucal, quemaduras entre otros. Así, su función radica en la propiedad que posee de coagular las albúminas de las mucosas y tejidos, con lo cual crea una capa protectora y aislante que reduce el dolor y la irritación (Tara Export, 2010).

Así mismo, los taninos son empleados en preparaciones de medicamentos gastroenterológicos para curar úlceras; cicatrizantes, por sus efectos astringentes, antiinflamatorios, antisépticos, antidiarreicos, antimicóticos, antibacterianos, antiescorbúticos, odontálgicos y antidisentéricos (De la Cruz, 2004).

- **Industria Alimentaria**

La Tara es sumamente versátil en la industria alimentaria; así, los taninos presentes en sus vainas, son empleados como sustitutos de la malta para dar cuerpo a la cerveza, como clarificador de vinos, para otorgar el característico sabor astringente al vino tinto (de cuyo bouquet son, en parte, responsables), té, café o cacao (De la Cruz, 2004; Tara Export, 2010).

El ácido gálico obtenido de los taninos de la tara, es utilizado como antioxidante en la industria del aceite y en la industria cervecera como un elemento blanqueante o decolorante. (De la Cruz, 2004).

De las semillas de Tara, se obtiene la goma de tara, la cual presenta un amplio campo de aplicación en la industria alimentaria como estabilizante, emulsionante o espesante, incidiendo en la aceptabilidad de los alimentos, mejorando su textura o consistencia.

Su uso más frecuente es como estabilizador de emulsiones en alimentos y helados, ajustando la viscosidad de la fase acuosa. Así mismo de esta parte del fruto, se obtiene el germen, el cual posee un altísimo contenido de proteínas de gran concentración de metionina y triptófano de buena calidad, grasas y aceites que podrían servir para el consumo humano. Asimismo, es empleada también en otras industrias, diferentes a las mencionadas anteriormente; para la fabricación de tintes, plásticos y adhesivos, galvanizados y galvanoplásticos, entre otros (De la Cruz, 2004).

2.2.2. Compuestos Fenólicos

Los compuestos fenólicos, también denominados polifenoles, son metabolitos secundarios producidos por las plantas, cuya biosíntesis tiene lugar a través de dos importantes rutas primarias: La ruta del

ácido Siquímico y la ruta de los poliacetatos; se encuentran en todas las plantas y, por tanto en los alimentos de origen vegetal. (Bravo, 1998; Shahidi y Naczk, 1995).

Químicamente, son sustancias químicas que poseen un anillo aromático, un anillo benceno, con uno o más grupos hidróxidos incluyendo derivados funcionales, como podrían ser ésteres, metilésteres, glucósidos, etc.(Tsimidou, 1998). Su naturaleza varía desde moléculas simples como los ácidos fenólicos hasta compuestos altamente polimerizados, como los taninos; y son en su mayoría potentes antioxidantes debido a su estructura química, ya que son excelentes donadores de protones o electrones (Kinsella *et al.*, 1993).

Los polifenoles se encuentran en las plantas en forma conjugada con uno o más residuos de azúcar unidos a los grupos hidroxilos, aunque en algunos casos se pueden producir uniones directas entre una molécula de azúcar y un carbono aromático. Por ello, la forma más común de encontrarlos en la naturaleza es en forma de glucósidos siendo solubles en agua y solventes orgánicos (Shahidi y Naczk, 1995).

Estos compuestos cumplen funciones importantes en las plantas; por una parte, actúan como metabolitos esenciales para el crecimiento y

reproducción de las plantas y, por otra, como agentes protectores frente a la acción de patógenos, siendo secretados como mecanismo de defensa; además, contribuyen en el sabor, color y textura de los alimentos y, por tanto, en un gran número de reacciones que inciden en estos parámetros de calidad (Butler, 1992; Shahidi y Naczk, 1995; Clifford, 1992). Aunque la clasificación de estos compuestos es muy compleja, debido a la gran diversidad de estructuras que engloban, una clasificación ampliamente aceptada es la hecha por Harborne (1980), en la que agrupa a los compuestos fenólicos en base al número de átomos de carbono que contienen, tal y como se observa en el Cuadro 3 (Harborne, 1989; Harborne *et al.*, 1999).

Los compuestos fenólicos se han asociado con los beneficios para la salud derivados del consumo de altos niveles de frutas y hortalizas (Hertog *et al.*, 1993; Parr y Bolwell, 2000); lo cual se encuentra asociado principalmente a la actividad antioxidante de estos compuestos; por lo que actualmente este grupo de compuestos fitoquímicos presentan un gran interés nutricional (Martínez–Valverde, 2000).

Cuadro 2.3. Clasificación de Compuestos Fenólicos

N° Átomos de Carbono	Estructura básica	Clase	Ejemplos
6	C ₆	Fenoles Simples Benzoquinonas	Catecol, hidroquinona, 2,6-dimetilhidroquinona
7	C ₆ -C ₁	Ácidos fenólicos	Acido gálico y salicílico
8	C ₆ -C ₂	Acetofenonas	3-Acetyl-6-methoxybenzaldehido
		Derivados de la Tirosina	Tirosol
		Ácidos fenilacéticos	p-Hidroxifenilacético
9	C ₆ -C ₃	Ácidos hidroxicinámicos	Ácido caféico, ácido ferúlico
		Fenilpropenos	
		Cumarinas	Eugenol
		Isocumarinas	Umbeliferona, aesculetin
10	C ₆ -C ₄	Cromones	Eugenin
		Naftoquinonas	Juglone, plumbagin
13	C ₆ -C ₁ -C ₆	Xantonas	Magniferin
14	C ₆ -C ₂ -C ₆	Estilbenos	Resveratrol
		Antroquinonas	Emodin
15	C ₆ -C ₃ -C ₆	Flavonoides	Quercetin
		Isoflavonoides	Genistein
18	(C ₆ -C ₃) ₂	Lignanos	
		Neolignanos	Pinoresinol
30	(C ₆ -C ₃ -C ₆) ₂	Biflavonoides	Amentoflavona
n	(C ₆) _n	Catecolmelaninas	
	(C ₆ -C ₃) _n	Ligninas	
	(C ₆ -C ₃ -C ₆) _n	Taninos	

Fuente: Harborne (1980)

Estudios realizados con los compuestos fenólicos indican que ellos presentan propiedades benéficas para el ser humano actuando como antialérgicos, antiaterogénicos, antiinflamatorios, antimicrobianos, antioxidantes, antitrombóticos, poseen efectos cardioprotectores y vasodilatadores (Benavente – García *et al.*, 1997; Samman *et al.*, 1998; Middleton *et al.* 2000; Puupponen – Pimia *et al.*, 2001; Manach *et al.*, 2005).

a. Capacidad Antioxidante

Los compuestos fenólicos tienen una fuerte capacidad antioxidante asociada con su capacidad para atrapar radicales libres, romper las reacciones en cadena de los radicales libres y quelar metales. El incremento del consumo de compuestos fenólicos está correlacionado con un menor riesgo de enfermedades cardiovasculares y ciertos tipos de cáncer (Duthie *et al.*, 2000; Tapiero *et al.*, 2002).

Los polifenoles son efectivos donadores de hidrógenos, y su potencial antioxidante es dependiente del número y de la posición de los grupos hidroxilos y su conjugación, así como de la presencia de electrones donadores en el anillo estructural, debido a la capacidad

que posee el grupo aromático de soportar el desapareamiento de electrones por desplazamiento del sistema de electrones (Miller y Rice-Evans, 1997; Ramírez-Tortosa *et al.*, 2001).

Para que un compuesto fenólico sea clasificado como antioxidante debe cumplir dos condiciones básicas: La primera es que al encontrarse en una concentración baja con relación al sustrato que va a ser oxidado pueda retrasar, enlentecer o prevenir la autooxidación o la oxidación mediada por un radical libre; y la segunda es que el radical formado tras el secuestro sea estable y no pueda actuar en oxidaciones posteriores. Entre los compuestos fenólicos con una reconocida actividad antioxidante destacan los flavonoides, los ácidos fenólicos (principalmente hidroxicinámico, hidroxibenzóico, caféico, clorogénico), taninos (elagitaninos), calconas y cumarinas, los cuales constituyen la fracción polifenólica de una gran diversidad de alimentos (Pratt, 1992; Pratt y Hundson, 1990).

Desde un punto de vista nutricional, esta actividad antioxidante se asocia con su papel protector en las enfermedades cardiovasculares y en el cáncer, así como en procesos de envejecimiento (Tsimidou, 1998).

2.2.3. Taninos

Frutos *et al.* (2004) señalan que los taninos son compuestos polifenólicos de origen natural, presentes en diversas partes de las plantas vasculares. Se encuentran distribuidos especialmente en las familias Leguminosae, Rosaceae, Polygonaceae, Fagaceae, Rhyzophoraceae, Myrtaceae y Melastomataceae (Kandil *et al.*, 1999; Harborne, 1997; Oszmianski *et al.*, 2007; Vrhovsek *et al.*, 2006; Balza *et al.*, 1989; Meyers *et al.*, 2006; Okuda *et al.*, 1980; Yoshida *et al.*, 2005; Isaza *et al.*, 2004).

Los taninos se distinguen por las siguientes características: Presentan un alto peso molecular (500- 20000 Da), son solubles en agua y solventes polares orgánicos, son astringentes y poseen la capacidad de formar complejos reversibles o irreversibles con las proteínas, fundamentalmente, pero también con otras sustancias, tales como polisacáridos (celulosa, hemicelulosa, pectina, etc.), alcaloides, ácidos nucleicos, minerales, etc. (McLeod, 1974; Jansman, 1993; Haslam, 1994; Schofield *et al.*, 2001; Haslam, 1996).

Hagerman *et al.* (1998) reportan que los taninos son entre 15 a 30 veces más efectivos en captar los radicales libres de tipo peroxil

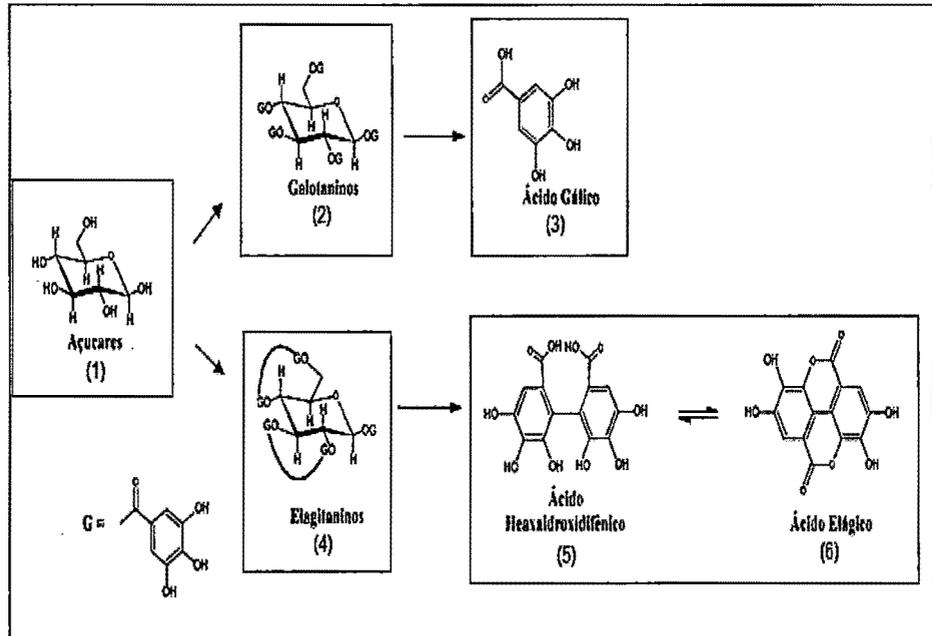
(HOO⁻) en comparación a los fenólicos simples por lo que diversos autores señalan que los taninos deben ser considerados excelentes antioxidantes biológicos.

Haslam (1966 y 1989) señala que los taninos se clasifican en dos grupos: Los taninos hidrolizables y condensados.

a. Taninos Hidrolizables

Los taninos hidrolizables son aquellos que son hidrolizables fácilmente por acción de ácidos o enzimas (taninas) (Mangan, 1988). En la Figura 2.6 se muestra el mecanismo de hidrólisis de los taninos hidrolizables: Un azúcar (1) o de un compuesto de naturaleza de un polialcohol y un ácido fenolcarboxílico. Dependiendo de la naturaleza del ácido fenolcarboxílico; los taninos hidrolizables usualmente suelen dividirse en galotaninos (2) y elagitaninos. La hidrólisis de los galotaninos produce ácido gálico (3) mientras que la de los elagitaninos (4), produce el ácido hexahidroxidifénico (5), que normalmente está aislado de forma estable como ácido elágico (6).

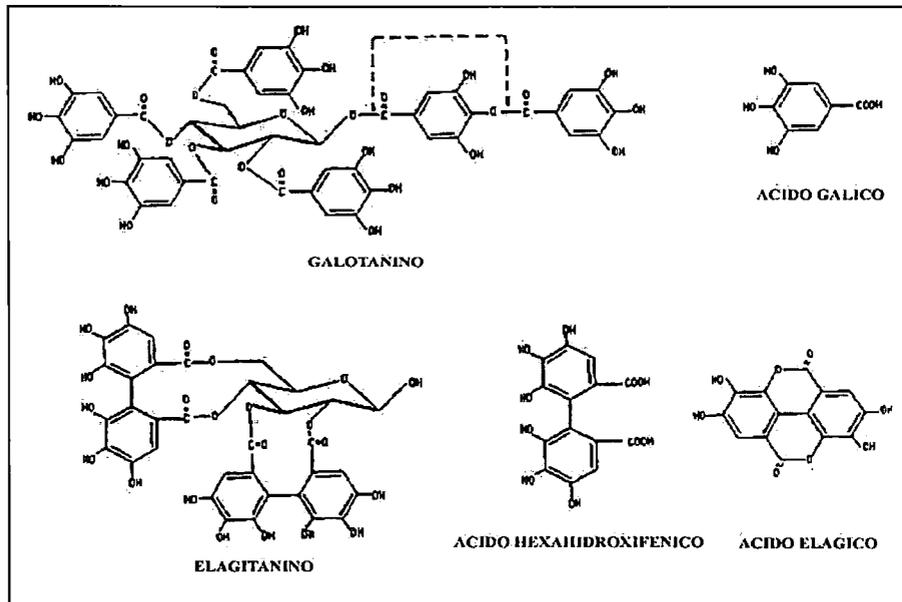
Figura 2.6. Taninos hidrolizables



Fuente: Queiroz et al. (2002)

Hagerman (2002) indica que los taninos hidrolizables son derivados del ácido gálico (3,4,5 ácido trihidroxibenzoico). En la Figura 2.7 se muestra la estructura química de los taninos hidrolizables, están formados por un núcleo de hidrato de carbono "poliol" (generalmente la glucosa) y grupos hidróxidos esterificados formando ácido m-digálico "galotanino" o ácido hexahidroxi-difénico "elagitanino" (Mangan, 1988; Jansman, 1993). Estos pueden ser acoplados por oxidación a "C-C" o "C-O" a otras unidades de galoilo y producir una amplia variedad de metabolitos derivados (Porter, 1989).

Figura 2.7. Estructura química de los taninos hidrolizables



Fuente: Mangan (1988) y Jansman (1993)

En el Cuadro 2.4 se puede apreciar la distribución de los taninos hidrolizables en una amplia variedad de plantas y árboles (Haslam, 1981; Okuda *et al.*, 1990; Kumar y Vaithyanathan, 1990). Ellos pueden estar presentes en la madera, corteza, hojas y frutos. Cabe señalar que algunas especies producen galotaninos o elagitaninos, otros producen mezclas complejas que contienen al galo-elagitaninos y a los llamados taninos condensados, así como por ejemplo las especies *Acacia*, *Acer* y *Fagaceae* quienes tienen a ambos taninos (Bate-Smith, 1977; Mueller-Harvey *et al.*, 1987; Ishimaru *et al.*, 1987).

Cuadro 2.4. Fuentes de taninos hidrolizables en diversas plantas

Familia	Especie	Tipos de Taninos
Leguminosae	<i>Caesalpiniasp.</i>	Galotaninos, elagitaninos
	<i>Acacia sp.</i>	Galo, galatos de catequiza
Anacardiaceae	<i>Rhusp.</i>	Galotaninos, elagitaninos
Fagaceae	<i>Quercussp.</i>	Galotaninos, elagitaninos
	<i>Castaneasp.</i>	Elagitaninos
Combretaceae	<i>Terminaliasp.</i>	Elagitaninos
Myrtaceae	<i>Eucalyptussp.</i>	Elagitaninos

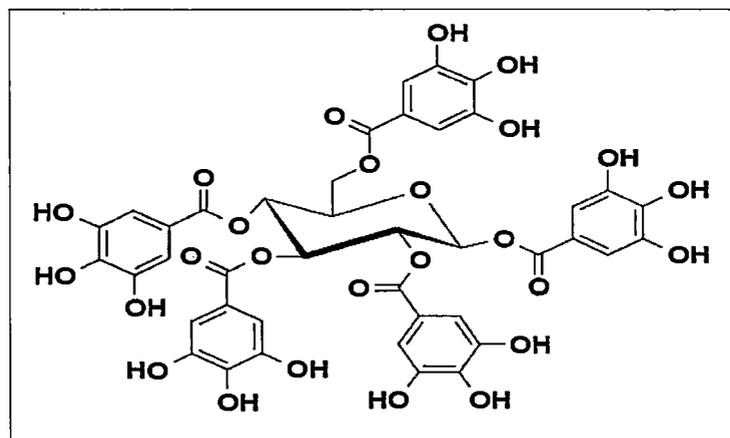
Fuente: Mueller – Harvey (2001)

a.1 Galotaninos

Los galotaninos son simples ésteres poligaloil de glucosa. En la Figura 2.8 se muestra el típico galotanino cuya estructura química es la pentagaloilglucosa (β -1,2,3,4,6-Pentagaloil-O-DGlucopiranos), que tiene 5 enlaces ésteres idénticos que comprende grupos alifáticos hidroxilo en un centro de glucosa (poliol). Para muchos galotaninos, el poliol central es la glucosa,

sin embargo otros polioles centrales en los galotaninos incluyen al glucitol, hamamelosa (derivada de la ribosa), ácido shikimico, ácido quínico (galotanino de la tara) y quercitol (Hagerman, 2002).

Figura 2.8. Estructura química de los Galotaninos

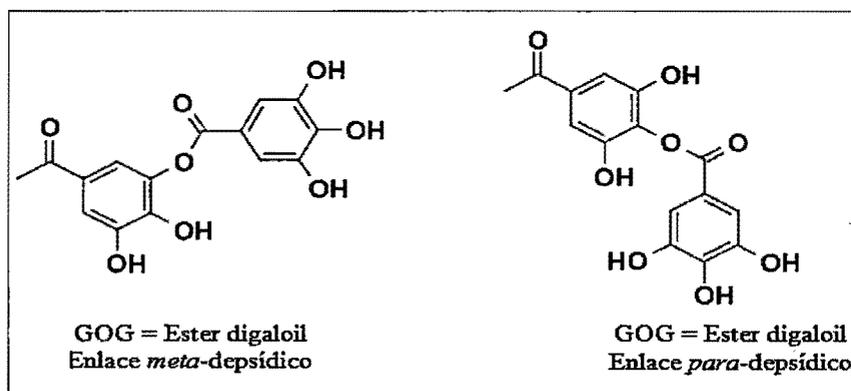


Fuente: Hagerman (2002)

Como todos los galotaninos, los PGG tienen muchos isómeros. Los pesos moleculares de todos los isómeros de PGG son iguales (940 g/mol), pero sus propiedades químicas, la susceptibilidad para ser hidrolizados, su identificación cromatográfica, sus propiedades bioquímicas así como, su habilidad para precipitar a las proteínas, son dependientes de su estructura (Hagerman, 2002).

De otro lado, los ácidos gálico se unen a la pentagaloiilglucosa, por medio de enlaces depsídicos, los que pueden ser enlaces *meta*- o *para*-depsídicos, involucrando el grupo hidroxil del ácido gálico en lugar del grupo hidroxil alifático (Véase la Figura 2.9).

Figura 2.9. Enlaces depsídicos de los galotaninos



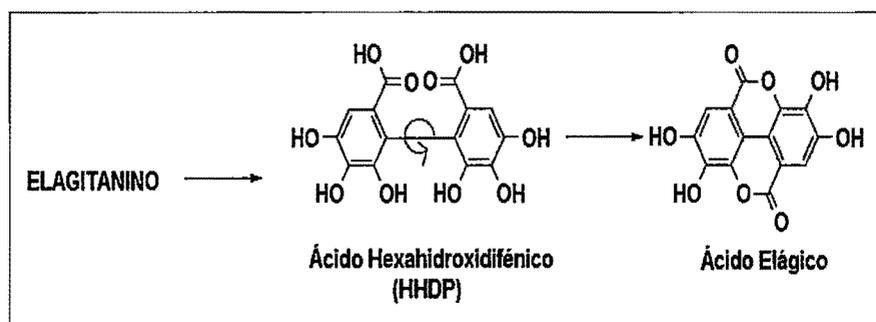
Fuente: Hagerman (2002)

Srivastava *et al.* (2000), explica que el ácido tánico es un típico tanino hidrolizable que consiste en una mezcla de ácido gálico y de ésteres de glucosa. El ácido tánico es conocido por su capacidad de inducir efectos beneficiosos sobre la salud humana a través de la expresión de algunas actividades biológicas, incluida antimutagénicas, propiedades antioxidantes y contra el cáncer.

a.2 Elagitaninos

en la Figura 2.10 se muestra la estructura química de los elagitaninos, son simples ésteres del ácido hexahidroxidifénico (HHDP). El HHDP se lactoniza espontáneamente para formar una dilactona estable o ácido elágico (Hagerman, 2002).

Figura 2.10. Estructura química de los Elagitaninos



Fuente: Hagerman (2002)

En contraste con la limitada distribución de los galotaninos en la naturaleza, los elagitaninos son típicos constituyentes de muchas familias de plantas. Estos compuestos exhiben una enorme variabilidad estructural que resulta de los múltiples posibles lugares de vinculación del HHDP con la fracción de glucosa (que a su vez, puede adoptar varias conformaciones lo que controla los

posibles arreglos espaciales de ligados reactivos) y en especial por su fuerte tendencia a formar una multitud de dímeros y derivados de oligómeros que se encuentran interconectados por medio de enlaces del tipo C-C y C-O (Haslam, 1998).

El ácido elágico y ácido tánico son polifenoles que se encuentran en una gran variedad de frutas y frutos secos, tales como frambuesas, fresas, nueces, uvas, entre otras (Priyadarsini *et al.*, 2002). Estas moléculas poseen una potente capacidad de inhibir las especies reactivas de oxígeno y nitrógeno (Ignatowicz *et al.*, 2003).

a.3 Uso de los taninos hidrolizables

Los taninos hidrolizables encuentran amplia aplicación debido a sus propiedades antioxidantes y su habilidad para formar complejos solubles e insolubles con las proteínas. Por ello se emplean en las industrias de alimentos, farmacéutica y en cervecería. En este último campo, por ejemplo, se usan como estabilizadores de la cerveza: en el producto que no ha sido recientemente preparado, las proteínas se combinan con los polifenoles para formar complejos que son responsables de la

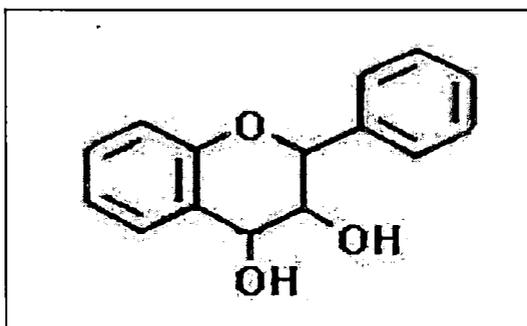
presencia de turbidez. Al agregar los taninos, el nivel de proteínas es disminuido a un valor apropiado y se aumenta así el tiempo de almacenamiento de la cerveza (Verzele, 1986). En la industria farmacéutica, se emplean para contraatacar el efecto de los alcaloides y el envenenamiento por sales de metales, inactivándose éstos por precipitación. En la industria de alimentos se puede, por ejemplo, remover impurezas proteínicas por precipitación con taninos (Suginami, 1979); emplearlo en la preservación y maduración de alimentos, aprovechando sus propiedades antisépticas y antioxidantes (Leonte, 1975); así como en la clarificación del vino blanco (Shinohara, 1973).

b. Taninos Condensados

Se conocen también como no hidrolizables, ya que se hidrolizan con dificultad y, por el contrario, el tratamiento con calor y ácidos minerales origina polímeros de alto peso molecular (flobáfenos) y se encuentran ampliamente repartidos en el reino vegetal (Harborne, 1980). En la Figura 2.11 se muestra la estructura química de los taninos condensados, los cuales están formados por polímeros de flavan-3,4-dioles. Inicialmente fueron llamadas leucoantocianinas;

existen como oligómeros solubles, con 2 a 6 núcleos fenólicos flavan-3-ol, o como polímeros insolubles (Isaza, 2007).

Figura 2.11. Estructura de Flavan - 3,4 – Diol



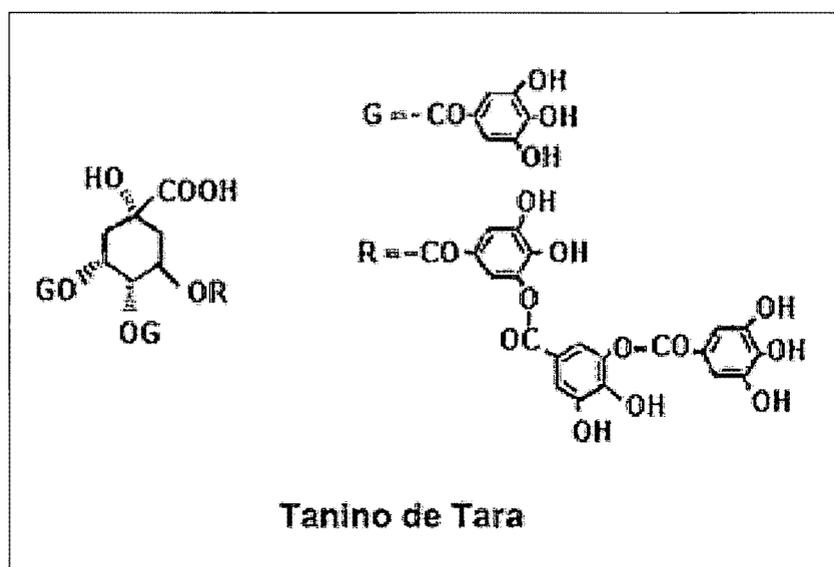
Fuente: ALNICOLSA (2013)

Los taninos condensados, son capaces de interactuar con sistemas biológicos a través de la inducción de algunos efectos fisiológicos, tales como los efectos antioxidantes, anti-alérgicos, anti-hipertensivos y como antimicrobianos (Santos-Buelga y Scalbert, 2000).

c. Taninos de la Tara (*Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze)

Según Garro *et al.* (1997) las vainas de esta especie tienen una cantidad importante de taninos hidrolizables derivados del ácido gálico.

Figura 2.12. Estructura del tanino de Tara



Fuente: Garro *et al.* (1997)

Los taninos de las vainas de tara se componen esencialmente de los ésteres polidigaloílicos de ácido quínico (FAO y OMS, 1970). Los galotaninos aislados a partir de la tara fueron reconocidos como: ácido 4-galoil-5-(digaloil) quínico, ácido 5-galoil-4-(digaloil) quínico, ácido 3-(digaloil)-4,5-digaloilquínico, ácido 4-(digaloil)-3,5-digaloilquínico, ácido 5-(digaloil)-3,4-digaloilquínico, y ácido 1,3,4-trigaloilquínico. Asimismo, los galotaninos de tara, ácido 1,3-digaloilquínico y ácido 1,3,4-trigaloilquínico son de naturaleza comparativamente hidrófila (Cortez, 2012).

Los taninos de la tara pueden ser divididos en tres grupos: a) ácidos mono-, di-, tri-, y tetra-galoilquínico, los que no tienen enlaces depsídicos; b) dépsidos relacionados a la estructura 3,4,5-trigaloil, considerados como los mayores componentes de los taninos de tara y c) dépsidos relacionados al ácido 1,3,4,5-tetragaloilquínico. Las galoacilaciones o acilaciones de los galotaninos pueden ser de 10 hasta 11 residuos galoíl, caracterizados por la presencia de uno o más enlaces m-digaloildepsídico; en el caso de la tara, se encontraron entre 5 y 8 residuos (Cortez, 2012).

2.2.4. Método de Cuantificación de Taninos

- Método de Folin – Ciocalteu

El método usado comúnmente para determinar y cuantificar fenoles totales en alimentos y vegetales es el método de Folin-Ciocalteu. Este método se basa en la capacidad de los fenoles para reaccionar con agentes oxidantes. El reactivo de Folin-Ciocalteu contiene molibdato y tungstato sódico, que reaccionan con cualquier tipo de fenol, formando complejos fosfomolibdico – fosfotúngstico. La transferencia de electrones a pH básico reduce los complejos fosfomolibdico – fosfotúngstico en óxidos,

cromógenos de color azul intenso, de tungsteno (W_8O_{23}) y molibdeno (Mo_8O_{23}), siendo proporcional este color al número de grupos hidroxilo de la molécula (Makkar *et al.*, 1993).

El contenido de fenoles es expresado en mg/g de peso seco de la muestra a ser analizada, la absorbancia se determina a 725nm y se compara con una curva de calibración realizada con ácido tánico, de ahí que se utiliza el término “Unidades de ácido tánico equivalentes por gramo de extracto o materia vegetal desecada” (Makkar *et al.*, 1993).

2.2.5. Proceso de Secado por Atomización

a. Descripción General

El secado por atomización también denominado aspersion, rocío o spray, es una operación de procesamiento en un solo paso, mediante el cual se transforma una materia en forma líquida en forma seca, por pulverización (spray) y generación de gotas minúsculas que poseen una gran área superficial para la evaporación de su humedad en un medio de gas de secado caliente. Mientras se reduce el peso a granel y tamaño del producto, se minimiza la manipulación y

conserva el producto mediante la reducción de su actividad de agua a un nivel bajo, requerido para detener la degradación bacteriana (Long, 1978; Hayashi, 1989; Chiou, 2006).

Este proceso de deshidratación se considera también de encapsulación, ya que puede producir partículas que atrapan el material a cubrir. La distribución del tamaño de las partículas obtenidas mediante este proceso de secado es en general menor a 100 μ m, aunque cabe destacar que ello depende de las condiciones de proceso (Casper, 2003).

El secador típico de atomización es un cilindro de fondo cónico, la alimentación se realiza por bombeo hasta un atomizador de disco o de boquillas situado en la parte superior de la cámara, el cual atomiza el líquido en finas gotas que se proyectan radialmente o verticalmente a una corriente de aire caliente que entra cerca de la parte superior de la cámara. El aire pasa a través de un separador (ciclón) donde se separan las partículas finas, las cuales son almacenadas en la parte inferior del ciclón en la tolva de almacenamiento (Gonzales, 1999).

Long (1978) indica que de manera general, cualquiera sea el sistema y el proceso, la aspersion experimenta tres fases distintas:

- En la primera el gas atomizante se expande adiabáticamente de la boquilla a la cámara de secado (atmósfera), el gas sufre el efecto Joule-Thomson y su temperatura cae.
- En la segunda el líquido es transformado a gotas, durante la aspersion el área superficial específica se incrementa mil veces. Teóricamente se requiere poca energía para formar las gotas. Sin embargo, la ineficiencia mecánica, la presión y la inercia además de la perdida por viscosidad causan un elevado consumo de energía.
- En la tercera etapa, estas gotas ya formadas viajan para convertirse en materia seca, durante esta fase el solvente se evapora y el diámetro de la gota decrece.

La primera fase ocurre instantáneamente, la segunda presenta duracion larga, calmadamente y firme (cerca de 0,1s o menos), la tercera puede sostener un tiempo relativamente grande dependiendo de las condiciones de la aspersion, el líquido disperso y la saturación relativa del aire ambiente. El secado es controlado por medio del

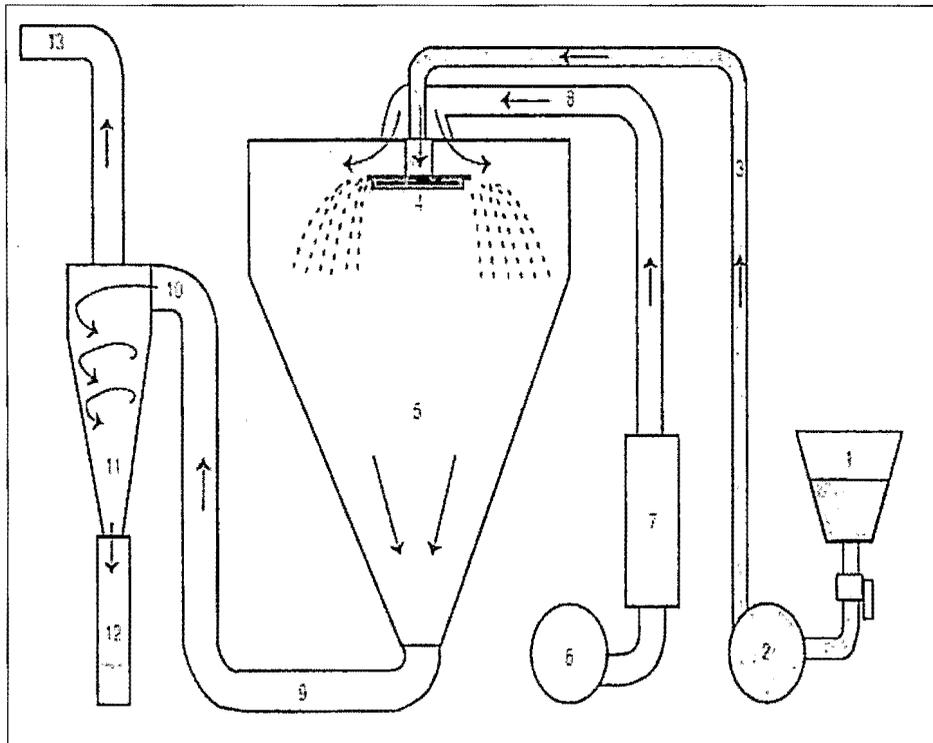
producto y las condiciones del aire a la entrada (flujo y temperatura). Finalmente, el producto es recuperado del aire (Long, 1978).

En la Figura 2.13 se muestran las características de un secador por aspersión:

1. Un tanque de depósito que contiene el producto que se va a secar.
2. Una bomba lleva el líquido del tanque a la cámara de secado.
3. Una tubería que conecta la salida de la bomba con la parte superior del secador.
4. Atomizador o pulverizador, un disco giratorio sobre la boquilla aspersora a presión que dispersa el producto en partículas muy finas.
5. Cámara de secado, donde el líquido de las partículas de producto se evapora en el aire circundante.
6. Un soplador fuerza aire a alta velocidad al interior de la cámara.
7. Pasa a través de un calentador y su temperatura aumenta a alrededor de 150°C.

8. El aire caliente es llevado a la parte superior del secador donde entra por arriba del disco giratorio.
9. La mezcla del producto secado y aire caliente deja el fondo de la cámara a través de un conducto.
10. Entra a un ciclón tangencialmente de modo que empieza a girar.
11. Al girar arroja al producto más pesado al exterior del ciclón donde choca contra las paredes del separador ciclónico y cae al fondo de la cámara.
12. El polvo se colecta en un cilindro desprendible.
13. El aire más ligero se desplaza hacia el centro y sale a través de la parte superior del separador.

Figura 2.13. Secador por Aspersión



Fuente: Sharma *et al.* (2003)

b. Ventajas y desventajas del proceso de Secado por Atomización

El proceso de secado por aspersión presenta ventajas y desventajas, las cuales se detallan a continuación:

Ventajas:

- El secado por atomización permite la producción de grandes cantidades en la operación continua y con un equipo relativamente simple (Mulvaney *et al.*, 2003).
- Los alimentos sensibles al calor, los productos biológicos, y los productos farmacéuticos se pueden secar a presión atmosférica y a bajas temperaturas. A veces, se emplea la atmósfera inerte.
- Control de los parámetros de calidad del producto así como especificaciones concretas (Mujumdar, 1995).
- Relativa simplicidad y facilidad de regulación del sistema.
- Utilización de energía comparable con la de otros métodos de secado.
- Conservación de las propiedades funcionales y la mayoría de los compuestos volátiles del producto (Sharma *et al.*, 2003).
- En ciertos casos, donde es conveniente obtener una baja densidad aparente del producto, es ventajoso el proceso de secado por spray.
- Las condiciones de limpieza y semiesterilidad, son más fácilmente obtenidas (Fellows, 1994).

Desventajas:

- Inversión inicial muy costosa.
- Tamaño de la partícula difícil de controlar.
- Requiere una alimentación que pueda manejarse por medio de bombas.
- Problemas con la recuperación del producto y los polvos (Sharma *et al.*, 2003).
- El calor requerido por unidad de peso del producto es alto.
- El contenido de humedad en la alimentación puede ser grande comparado con la mayor parte de los otros tipos de secadores.
- El rendimiento térmico es bajo debido a las restricciones en la temperatura de entrada del aire y a la temperatura relativamente alta del aire de salida (Geankopolis, 1999).
- Falla si se requiere un producto a granel de alta densidad (Mujumdar, 1995).

c. Principales variables del proceso de secado por atomización

Masters (2002) indica que las principales variables en el proceso de secado por atomización son las siguientes:

- *Caudal del líquido de entrada:* El caudal de entrada del líquido a atomizar al equipo de atomización se regula por medio de una bomba peristáltica, en el caso de una boquilla de dos fluidos. Este caudal afecta a la atomización.
- *Caudal de aire de atomización:* Este aire es suministrado por un compresor, y el caudal se regula atendiendo a la lectura de un rotámetro que nos indicará el caudal de aire utilizado para el atomizado. Este caudal de aire lo utiliza una boquilla de dos flujos y afecta a la atomización.
- *Temperatura y humedad del aire de entrada al cilindro de atomización:* Esta temperatura se puede controlar mediante la resistencia eléctrica del equipo.
- *Caudal de aire de secado:* El caudal de aire de secado indica el aire que entra en el cilindro de pulverización para realizar

el secado. El caudal real depende de la pérdida de presión del conjunto del sistema.

Las condiciones utilizadas para el proceso de secado por atomización: Características del material líquido alimentado (viscosidad, tamaño de partícula y otras), caudal del líquido de entrada, temperatura y humedad del aire de entrada, caudal y presión del aire de secado, la aspiración, el tipo de atomizador van a influenciar sin lugar a dudas en las características del producto en polvo obtenido, tales como humedad final del producto, rendimiento de producción, temperatura de salida, tamaño de partícula, entre otras (Masters, 2002; Tonon *et al.*, 2008).

García-Gutiérrez *et al.* (2004) indica que el contenido de humedad en productos en polvo es muy importante, ya que una baja humedad en el producto le otorga un mayor tiempo de vida de anaquel y lo preserva de la degradación bacteriana al disminuir drásticamente la actividad del agua,

Al respecto, Goula y Adamopoulos (2004) señalan que en general, el contenido de humedad final del producto secado por aspersion está directamente relacionado con la temperatura del gas que sale de la

cámara de secado, y que se puede obtener un bajo contenido de humedad a través del aumento de la temperatura del gas de salida y/o aumento del tiempo de residencia del producto en el interior de la cámara de secado. Sin embargo, al tratarse sustancias termosensibles, la exposición de éstas a altas temperaturas durante largos periodos de tiempo puede conducir a la degradación del producto.

Por tanto, el control de las condiciones de procesamiento y optimización del proceso de secado por aspersión resulta extremadamente importante, con el fin de obtener productos con mejores características sensoriales y nutricionales, ya que las propiedades del producto final dependen directamente de las condiciones de procesamiento empleadas (Chegini y Ghobadian, 2007; Tononet *al.*, 2008).

La optimización de las variables principales en el proceso de secado por atomización se hace generalmente por un proceso de "ensayo y error", si bien es posible predecir la influencia de cada una de estas variables de manera individual. La influencia de cada una de estas variables en el secado por atomización según Masters (2002), se presenta en la Cuadro 2.5.

Cuadro 2.5. Influencia de las variables del secado por atomización

Parámetro/ Dependencia	Caudal alto del aire de secado	Humedad del aire de entrada alta	Temperatura de entrada elevada	Caudal de aire de atomización alto	Caudal del líquido de entrada alto	Alta concentración de solutos a atomizar
Humedad final del producto	Mayor humedad pues baja la presión parcial del agua evaporada (↑↑)	Mayor humedad del producto pues hay una presión parcial más alta del aire de secado (↑↑)	Menor humedad por menor humedad relativa del aire de entrada (↓↓)	No afecta	Mayor humedad pues más agua conduce a una presión parcial más alta (↑↑)	Menor humedad pues habrá menos agua para evaporar, menor presión parcial (↓)
Rendimiento de producción	Mayor rendimiento en la separación en el ciclón (↑↑)	Menor rendimiento pues más humedad puede conducir al pegado del producto (↓)	Mayor rendimiento pues se evita la eventual pegajosidad (↑)	No afecta	Depende de la aplicación (↑↓)	Mayor rendimiento pues partículas más grandes conducen a una mejor separación (↑)

Fuente: Masters (2002)

Continuación

Parámetro/ Dependencia	Caudal alto del aire de secado	Humedad del aire de entrada alta	Temperatura de entrada elevada	Caudal de aire de atomización alto	Caudal del líquido de entrada alto	Alta concentración de solutos a atomizar
Temperatura de salida	Mayor temperatura pues hay menos pérdidas de calor basadas en la entrada total de energía (↑↑)	Mayor temperatura pues hay más energía almacenada en humedad (↑)	Mayor temperatura de salida pues hay una proporción directa (↑↑↑)	Más cantidad de aire fresco que tiene que calentarse (↓)	Menor temperatura pues se evapora más cantidad de agua (↓↓)	Mayor temperatura pues es menor la cantidad de agua evaporada (↑↑)
Tamaño de partícula	No afecta	No afecta	No afecta	Disminuye el tamaño pues aumenta la energía para la dispersión del fluido (↓↓↓)	Mayores partículas pues hay mayor cantidad de fluido a dispersar (↑)	Mayor tamaño de las partículas secadas pues hay mas producto (↑↑↑)

Fuente: Masters (2002)

d. Problemas asociados con el Proceso de Secado por Atomización

Durante el secado de un material líquido se producen cambios físicos y químicos importantes. Como la mayoría de los alimentos, extractos de plantas y otros biomateriales tienen una composición compleja, estos cambios no se pueden describir de manera simple, y pueden continuar ocurriendo durante el almacenamiento del producto. (Bhandari y Hartel, 2005).

Uno de los problemas asociados con el proceso de secado por aspersión es que es muy difícil predecir la calidad del producto final. En este punto la calidad del producto final consiste de parámetros como contenido de humedad, degradación térmica, retención de aromas, forma y tamaño de las partículas, apelmazamiento, etc. Los parámetros de calidad en el producto final es el resultado de la historia de la partícula cuando es sometida a la temperatura del aire de secado, humedad inicial, contenido inicial de sólidos, viscosidad, densidad, degradación térmica (Yanza, 2003).

d.1 Degradación Térmica

El procesamiento térmico de alimentos a altas temperaturas elimina la posibilidad de daño microbiológico y reduce la actividad enzimática, pero afecta la calidad del producto, produciendo la pérdida de compuestos termolábiles y termosensibles responsables de las propiedades sensoriales y nutricionales de los alimentos (Acevedo *et al.*, 2002).

Oliveira *et al.* (2010) señala que las pérdidas y/o degradación de compuestos bioactivos se asocian con el secado por atomización de extractos de plantas y nutracéuticos, las cuales dependen de las etapas de procesamiento implicadas y de la composición de la alimentación al secador (material líquido). Estos factores deben ser optimizados con el fin de generar un producto con la concentración de compuestos marcadores (bioactivos) dentro de los intervalos especificados.

d.2 Pegajosidad (Stickiness)

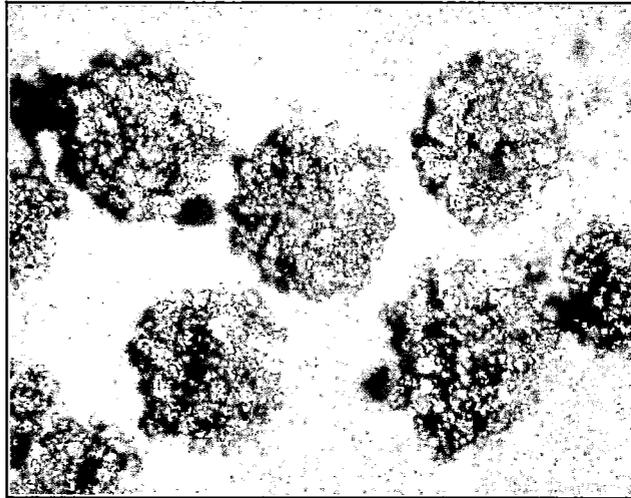
El término "Stickiness" hace referencia a los fenómenos de cohesión partícula-partícula y de adhesión partícula-pared que presentan los polvos obtenidos luego de un proceso de secado

por atomización; lo que dificulta su presentación en estado de polvo y mancha las paredes de los cilindros de pulverización (Dolinsky *et al.*, 2000).

Al quedar en la pared del compartimiento de secado como un jarabe da lugar a problemas relacionados con la baja recuperación del producto durante el proceso de secado por atomización, problemas operacionales y apelmazamiento del polvo. La cohesión es una propiedad interna del polvo y una medida de las fuerzas que mantienen unidas las partículas, mientras que la adhesión es una propiedad interfacial y una medida de las fuerzas que mantienen las partículas unidas a otro material (Boonyai *et al.*, 2004; Goula y Adamopoulos, 2008).

Este problema ha sido ampliamente investigado para los productos alimenticios y ocurre con mayor frecuencia en materiales con alta concentración de azúcares (Bhandari y Howe, 1999).

Figura 2.14. Fenómeno de "Stickiness"



Fuente: Bhandari y Howe (1999)

Lozano (2009) señala que el fenómeno de adhesión y cohesión, depende no sólo de las propiedades de los materiales a secarse, sino también de las condiciones aplicadas en el proceso de secado. La evaporación rápida en el secado por atomización produce partículas en estado amorfo que presentan una temperatura de transición vítrea (T_g) característica.

El problema de la pegajosidad en polvos se debe principalmente a la baja temperatura de transición vítrea (T_g) de los componentes con bajo peso molecular, tales como algunos azúcares (glucosa, fructosa, sacarosa) y ácidos orgánicos. La temperatura de transición vítrea se define como la temperatura

a la que un sistema amorfo cambia del estado vítreo al gomoso. La movilidad molecular en el estado vítreo es extremadamente lento, debido a la alta viscosidad de la matriz (cerca de 10 Pa·s). La T_g puede ser tomada como un parámetro de referencia para proyectar sistemas de secado por atomización y caracterizar las propiedades, la calidad, la estabilidad y la seguridad de los sistemas alimentarios. Las alteraciones estructurales, tales como la pegajosidad, aglomeración, el apelmazamiento y la cristalización, se producen en los polvos amorfos de alimentos cuando son almacenados y procesados a temperaturas superiores a la T_g . Debido a que la temperatura de transición vítrea aumenta al aumentar el peso molecular, se ha empleado la adición de agentes portadores (coadyuvantes de secado) para la producción de polvos, reduciendo la pegajosidad y la deposición en la paredes en el proceso de secado por aspersion (Bhandari *et al.*, 1993; Roos y Karel, 1991).

Los polvos pegajosos son más higroscópicos y de menor flujo libre que los polvos no pegajosos. Algunos de los ejemplos de productos pegajosos, son polvos obtenidos de zumos de frutas y vegetales (Goula y Adamopoulos, 2008).

e. Aplicaciones del proceso de Secado por Atomización

El secado por aspersion se aplica ampliamente en muchos sectores industriales, tales como la industria alimentaria, farmacéutica y química. El corto tiempo de residencia del producto en el interior del secador hace que el secado por atomización sea adecuado para el procesamiento de materiales termosensibles, incluidos los productos farmacéuticos y materiales biológicos. Este proceso de secado ha sido utilizado ampliamente en la preparación de polvos secos a partir de extractos de plantas medicinales, pulpas de frutas, plantas oleorresinas, aceites esenciales, enzimas, aromas y otros (Barbosa-Cánovas et al., 2005; Masters, 1972; Souza *et al.*, 2009; Acosta *et al.*, 2009).

Su aplicación en diversas industrias se justifica debido a una de las ventajas más notables del secado por aspersion que es la capacidad de procesar muchos tipos de materiales y la posibilidad de obtener un producto en polvo con propiedades especificadas. Estas características son especialmente importantes cuando estamos interesados en obtener productos secos de buena calidad y alto contenido de sustancias beneficiosas para la salud, tales como los compuestos fenólicos, flavonoides, carotenoides, etc. (Oliveira *et al.*, 2010).

f. Secado por Atomización en Productos Herbarios

En las últimas décadas, la demanda mundial de productos derivados de plantas ha incrementado significativamente. El fenomenal crecimiento en el uso de fitoquímicos como alimentos funcionales y nutraceuticos ha obligado a la industria alimentaria y farmacéutica a controlar la calidad de aquellos ingredientes que afirman ser promotores de salud en términos de eficacia y seguridad (Raghavan y Orsat, 2007).

Oliveira *et al.* (2010) afirma que hoy en día, los sectores de procesamiento de hierbas y nutraceuticos se están moviendo cada vez más hacia la comercialización de extractos estandarizados, o extractos secos fabricados a una concentración de fitoquímico especificada (también conocida como la concentración de marcador). Por lo tanto, la producción de extractos secos estandarizados representa un campo en expansión, ya que la tendencia actual de la industria farmacéutica es la sustitución de las formas tradicionales de fluido por los extractos de plantas secas. Entre las razones a favor de esta tendencia, destacan las siguientes: Una mayor concentración, estabilidad y facilidad de normalización de los compuestos bioactivos, facilidad de transporte, reducido espacio requerido

para el almacenamiento de productos, y un menor riesgo de contaminación microbiana.

Los extractos secos a base de plantas son mucho mejor adaptados a las exigencias de la práctica moderna terapéutica, dada la facilidad de la normalización y la manipulación, que contribuyen a garantizar la homogeneidad de las preparaciones farmacéuticas. En el sector farmacéutico, los extractos secos se utilizan en la preparación de píldoras, cápsulas, granulados, ungüentos y como productos intermedios; estos extractos se pueden preparar a partir de la deshidratación de una solución de extracción concentrada obtenida a partir de materiales a base de plantas (hojas, raíces, semillas, plantas enteras, inflorescencias, frutos, etc.), lo que resulta en un polvo seco.

Existen muchos métodos de secado para la obtención de extractos secos a partir de plantas entre los que destacan liofilización, secado por atomización y secado de lecho en surtidor. (Raghavan y Orsat, 2007; Gertenback, 2002; Teixeira, 1996; Souza, 1997; Senna et al., 1997; Cordeiro, 2000; Cordeiro y Oliveira, 2005; Runha y Cordeiro, 2001; Souza, 2003; Souza y Oliveira, 2005). Sin embargo, las condiciones de funcionamiento utilizadas en el secado y tratamiento térmico de los productos

biológicos como extractos en polvo a base de hierbas y productos nutricionales, podrían tener un impacto considerable sobre las propiedades y el costo del producto, generando diferentes grados de pérdida de compuestos activos (Raghavan y Orsat, 2007; Souza y Oliveira, 2005).

El proceso de secado por atomización es utilizado tradicionalmente en las industrias de procesamiento de plantas. La calidad del polvo obtenido depende de las variables de procesamiento y las condiciones de funcionamiento utilizadas. En general, los productos obtenidos mediante secado por atomización son más solubles y concentrados (Masters, 1972).

La ocurrencia de la pegajosidad (adherencia o cohesión) es un problema común durante el secado de extractos de plantas, debido a su alto contenido de azúcares (Bhandari y Howe, 1999; Chu y Chow, 2000), por lo que la adición de coadyuvantes de secado (encapsulantes) a la solución de extracción antes del proceso de secado es casi obligatoria, con el fin de mejorar las propiedades del producto y el rendimiento de secado (Oliveira *et al.*, 2010).

La mayoría de los extractos secos y nutracéuticos están destinados para la administración oral, razón por la cual existen límites aceptables de contaminación bacteriana (Remili *et al.*, 1994).

2.2.6. Encapsulación

a. Definición

La encapsulación es una técnica por la cual gotas líquidas, partículas sólidas o gaseosas, son cubiertas con una película polimérica porosa conteniendo una sustancia activa (Araneda y Valenzuela, 2009), esta membrana, barrera o película está generalmente hecha de componentes con cadenas para crear una red con propiedades hidrofóbicas y/o hidrofílicas (Fuchs *et al.*, 2006). Esto implica el recubrimiento de un ingrediente sensible, ya sea puro o una mezcla, dentro de un material para otorgar protección contra la humedad, calor u otras condiciones extremas, de modo de mejorar su estabilidad y aumentar su vida útil (Dziezak, 1988).

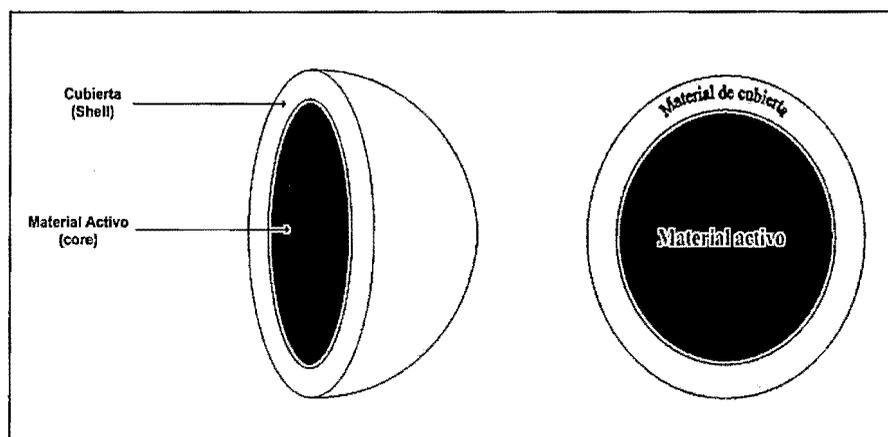
El término microencapsulación se utiliza de igual manera en la industria alimentaria, cuando se encapsulan sustancias de bajo

peso molecular o en pequeñas cantidades, aunque los dos términos, encapsulación y microencapsulación, se emplean indistintamente (Yañez *et al.*, 2002).

En el encapsulado, la porción activa es llamada núcleo, fase interna o relleno, y el material encapsulante es llamado cáscara, recubrimiento o material de pared y puede variar tanto en espesor como en el número de capas. La forma de las cápsulas es generalmente esférica, pero se ven fuertemente influenciadas por la estructura del material original no encapsulado (Dziezak, 1988).

En la Figura 2.15 se muestra una microcápsula simple, conformada por un núcleo (material activo) envuelta en una matriz de material encapsulante (cubierta) (King, 1995).

Figura 2.15. Estructura General de una Microcápsula



Fuente: Lozano (2009)

b. Ventajas de la Encapsulación (Astray *et al.*, 2009)

- Protege el material activo de la degradación producida por el medio ambiente (calor, aire, luz, humedad), etc.
- El compuesto encapsulado se libera gradualmente del compuesto que lo ha englobado o atrapado en un punto determinado.
- Las características físicas del material original pueden ser modificadas y hacer más fácil su manejo (un material líquido convertido a polvo), la higroscopia puede ser reducida, la densidad se modifica y el material contenido puede ser distribuido más uniformemente en una muestra.
- El sabor y olor del material puede ser enmascarado.
- Puede ser empleado para separar componentes, con el fin de que estos no reaccionen.
- Estabilización de principios activos inestables.
- Transformación de líquidos en sólidos.

c. Encapsulantes

Son llamados también material de cobertura, corteza, coadyuvantes de secado, material de la pared o agente encapsulante (Shafiur, 2003). Son materiales que ayudan al

material activo a resistir las condiciones de procesamiento y empacado, mejorando sabor, aroma, estabilidad, valor nutritivo y apariencia del producto encapsulado (Yañez *et al.*, 2002; Montes *et al.*, 2007).

Dentro de las características que deben reunir los coadyuvantes de secado se pueden citar:

- Deben ser inocuos.
- Carencia de reactividad química con el material activo (inercia química).
- Estabilidad térmica (Teixeira, 1996).
- Presentar buenas propiedades reológicas a alta concentración y fácil manipulación durante la encapsulación.
- Inactividad o falta de reactividad con el material a encapsular tanto durante el procesado como en el almacenamiento prolongado.
- Solubilidad en disolventes aceptables admitidos por la industria de alimentos.
- Presentar propiedades de solubilización deseables.
- De bajo costo y grado alimentario.

- Capacidad de dispersar o emulsionar el material activo y de estabilizar la emulsión producida.
- Capacidad para sellar herméticamente y contener el material activo dentro de la estructura durante el procesamiento o almacenamiento.
- Capacidad para eliminar totalmente el disolvente u otros materiales usados durante el proceso de encapsulación mediante desecación o condiciones alternativas de volatilización del disolvente.
- Capacidad para impartir la máxima protección al material activo frente a las condiciones ambientales (Shafiur, 2003).

Cuadro 2.6. Tipos de Encapsulantes

Tipo de Encapsulante	Encapsulante Específico
Gomas	Goma arábica, agar, alginato de sodio, carragenina. ^a ; Goma tragacanto, goma guar. ^b
Carbohidratos	Almidón, dextranos, sacarosa, jarabes de maíz. ^a
Celulosas	Almidón modificado, maltodextrinas, ciclodextrina, dextrinas, pectina, dextrano. ^b
Lípidos	Carboximetilcelulosa, metilcelulosa, etilcelulosa. ^a
Lípidos	Ésteres y éteres (derivados de celulosa). ^b
Lípidos	Ceras, parafinas, tristearina, ácido esteárico, monoglicéridos, diglicéridos, aceites, grasas. ^a
Materiales inorgánicos	Aceites endurecidos. ^c
Proteínas	Sulfato de Calcio, silicatos. ^a
Proteínas	Gluten, caseína, gelatina, albúmina, hemoglobina. ^c
Azúcares	Proteína de soya y caseinatos. ^b
Azúcares	Sucrosa y dextrosa. ^b

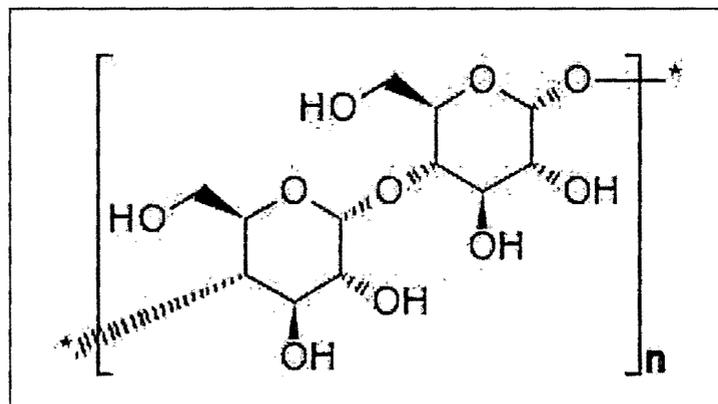
Fuente: a. Yañez *et al.* (2005), b. Sotomayor (2000), c. Shafiur (2003)

c.1 Maltodextrinas

La FDA define las maltodextrinas como un polímero sacárido nutritivo no dulce que consiste en unidades de D-glucosa unidas principalmente por enlaces α (1-4) y que tienen un

equivalente de dextrosa (DE) menor que 20. Es preparado como un polvo blanco o en solución concentrada por hidrólisis parcial del almidón de maíz o de papa con ácidos permitidos o enzimas (21 Code of Federal Regulation) (Kuntz, 1997).

Figura 2.16. Estructura de la Maltodextrina



Fuente: Kuntz (1997)

Las maltodextrinas generalmente están clasificadas de acuerdo a su equivalente de dextrosa (DE). El DE se relaciona con el grado de polimerización (GP) de la molécula de almidón, de acuerdo a $DE = 100/GP$. El grado de polimerización corresponde al número de unidades monoméricas o monosacáridas. A más alto DE mayor es el número de unidades monosacáridas y los polímeros son de cadena más corta. La glucosa (dextrosa) posee un $DE = 100$ y el almidón aproximadamente cero. Debido a que las maltodextrinas y

otros almidones hidrolizados están conformados por una mezcla de largos polímeros, su DE es un valor promedio (Kuntz, 1997).

Se caracterizan por presentar baja higroscopicidad, buena solubilidad y bajo poder edulcorante, además, debido a su gran número de ramificaciones, adquiere una forma helicoidal de tamaño pequeño logrando volúmenes más pequeños, dando como resultado una mínima viscosidad; esto brinda la posibilidad de adicionar buenas cantidades de maltodextrinas logrando un aumento en grados Brix sin afectar de manera relevante la viscosidad final en la mezcla (Kuntz, 1997; López *et al.*, 2009).

Las maltodextrinas son utilizadas principalmente en materiales que presentan dificultades para su deshidratación, tales como jugo de frutas, condimentos, extractos de plantas y endulzantes (Reineccius, 1991; Oliveira *et al.*, 2010), ya que reducen los problemas de adherencia y aglomeración durante su procesamiento y/o almacenamiento, mejorando así la estabilidad del producto final (Bhandari *et al.*, 1993; Silva *et al.*, 2006; Oliveira *et al.*, 2010).

La aplicación de maltodextrinas es ideal en el proceso de secado por atomización, ya que debido a su alta solubilidad permite incorporarse en un nivel alto en la solución de alimentación al secador, requiriendo una menor eliminación de agua. Además, debido a su baja higroscopicidad, los productos se secan con mayor facilidad. El equivalente de dextrosa (DE) típico utilizado en procesos de secado por atomización y aglomeración es de 10 DE o 15 DE, ya que presentan una alta temperatura de transición vítrea la cual proporciona una buena estabilidad al producto final; asimismo al tener una longitud de cadena más larga presentan menor higroscopicidad que el valor más alto de DE (20 DE) y cuanto mayor es el DE, más pegajosa es la maltodextrina afectando en las características de las mezclas secas obtenidas (Kuntz, 1997).

d. Aplicaciones de la Encapsulación

La encapsulación es aplicada en muchos sectores industriales, tales como Agricultura, Química, Farmacéutica y Alimentaria, y se detalla a continuación:

- En la agricultura se utiliza al formular algunos insecticidas, fungicidas y en los fertilizantes de cesión lenta.

- En cosmética y perfumería, es también frecuente su uso. Microcápsulas con sustancias olorosas liberan el perfume al frotar suavemente tras su aplicación.
- En farmacia reducen el efecto directo irritante causado por algunos medicamentos en la mucosa gástrica. Consiguen una liberación sostenida o controlada del principio activo a partir de la forma farmacéutica y también que la liberación se produzca a modo de pulsos a un determinado pH.
- En la industria alimentaria las microcápsulas se emplean para mantener la calidad de sustancias grasas, aceites, colorantes, saborizantes y aromatizantes. Estas liberan el material que contienen durante la preparación de las comidas o tras la ingestión.

La encapsulación de ingredientes en la industria de alimentos permite (Dziezak, 1988):

- Estabilizar el material núcleo.
- Controlar la liberación del material núcleo (velocidad y comienzo de la liberación).
- Separar reactivos o componentes incompatibles en una formulación.

- Protección de componentes sensibles del alimento (luz, humedad, calor).
- Aseguramiento contra pérdidas nutricionales.
- Utilización alternativa de ingredientes sensibles.
- Incorporación de mecanismos de liberación inusuales de tiempo dentro de la formulación.
- Enmascarar o preservar sabores y aromas.
- Transformar ingredientes líquidos en sólidos fácilmente manejables.

e. Encapsulación por el método de Secado por Atomización

Aunque se considera el secado por aspersion como un proceso de deshidratación, este se puede utilizar para encapsular materiales activos dentro de una matriz protectora formada por un polímero fundido (Dziezak, 1988). Muchas técnicas han sido desarrolladas para encapsular ingredientes de alimentos, el secado por aspersion es la tecnología más comúnmente empleada en la industria alimentaria debido al bajo costo y disponibilidad de los equipos (Heldman, 1975).

Por definición, corresponde a la transformación de un fluido en un material sólido, atomizándolo en forma de gotas minúsculas en un medio de secado caliente (Ré, 1998). La formación de las gotas ocurre cuando se introduce la sustancia a encapsular (agente activo) en el agente encapsulante (material pared), seguido de la aspersión de la mezcla dentro de una cámara, a través de una boquilla (sistema de alimentación), o a través de discos giratorios de rociado de alta velocidad en el interior de una cámara de secado cilíndrica a la cual le es suministrado aire caliente (Hernández 2010).

Entre las propiedades más importantes de los productos encapsulados mediante secado por aspersión se encuentran las siguientes (Bhandari, 2008):

- *Humedad:* Debe ser menor al 5% con una actividad de agua (aw) de 0,15 a 0,30.
- *Densidad de partícula:* Puede variar de 1,2 – 1,4g/mL y está influenciada por la presencia de aire en las partículas.
- *Tamaño de partícula:* El tamaño promedio se encuentra entre 5 - 150 μ m, pero varía en función de la naturaleza del ingrediente activo y el proceso.

- *Forma:* La mayoría de las veces se obtienen esferas, pero depende del tipo de material y el proceso. La forma de los encapsulados influyen en el mezclado, fluidez y densidad de la partícula.

f. Encapsulación en Productos Herbarios

Muchos productos derivados de plantas de interés comercial en la industria farmacéutica y alimentaria por su contenido en fitoquímicos (principios activos), presentan un alto contenido de compuestos volátiles y/o termosensibles, susceptibles a la oxidación, lo cual ocurre con frecuencia en formas líquidas bajo condiciones ambientales normales. Estas sustancias pueden sufrir alteraciones irreversibles en sus propiedades fisicoquímicas al encontrarse en contacto con otros materiales o agentes externos sin protección adecuada. La tecnología de microencapsulación es un método que puede ser empleado para transformar estas sustancias en materiales más estables (menos volátiles y susceptibles a la oxidación) permitiendo una fácil manipulación (forma sólida) (Oliveira *et al.*, 2010).

Las microcápsulas incorporan nuevas propiedades en las sustancias activas, lo cual conlleva a mejorar la calidad final del

producto (Oliveira *et al.*, 2010); sin embargo estas propiedades dependen también del método de encapsulación empleado y las propiedades fisicoquímicas del material activo y encapsulante (Desai y Park, 2005; Gharsallaoui *et al.*, 2007; Wendel y Çelik, 1998). Entre las propiedades químicas del material activo y encapsulante se encuentran el peso molecular, polaridad y volatilidad relativa, estructura química, proporción material activo/encapsulante, entre otras; estas se encuentran directamente relacionadas con la retención de compuestos bioactivos y volátiles durante el proceso de encapsulación.

El proceso de secado por atomización es el método comúnmente usado para la microencapsulación de derivados de plantas, debido a sus múltiples ventajas. Las principales variables del proceso son la composición de la formulación de encapsulación, las temperaturas de aire de secado de entrada y salida, la velocidad de flujo de gas, la distribución de la temperatura y la humedad dentro del secador, el tiempo de residencia y la geometría de la cámara de secado (Wendel y Çelik, 1998).

Los coadyuvantes de secado ampliamente utilizados en el proceso de deshidratación de los extractos de plantas son: Almidones de maíz, yuca y arroz, almidones modificados,

maltodextrinas, sílice coloidal, goma arábica, ciclodextrinas, κ -carrageenan. Estos compuestos pueden utilizarse solos o en asociación en los procesos de secado, de tal manera que las proporciones ideales deberían establecerse para cada caso específico, dependiendo de la composición del extracto y método de secado empleado (Oliveira *et al.*, 2010).

2.2.7. Método Taguchi

a. Arreglos Ortogonales

El arreglo ortogonal es una herramienta ingenieril que simplifica y en algunos casos elimina gran parte de los esfuerzos de diseño estadístico. El Dr. Taguchi recomienda el uso de arreglos ortogonales para hacer matrices que contengan los controles y los factores de ruido en el diseño de experimentos. Ha simplificado el uso de este tipo de diseño al incorporar los arreglos ortogonales y las gráficas lineales, en contraste con los enfoques tradicionales como equivalentes de ruido; mientras las principales nos proporcionarían las condiciones óptimas y una buena reproducibilidad en un experimento. Los arreglos ortogonales son herramientas que permiten al ingeniero evaluar que tan robusto son los diseños del proceso y del producto con respecto a los

factores de ruido. El analista del arreglo ortogonal de Taguchi es usado para producir los mejores parámetros para el diseño óptimo del proceso con el mínimo número de experimentos (pruebas) (Arellano, 2005).

Los resultados obtenidos para los arreglos ortogonales son analizados para obtener los siguientes objetivos (Arellano, 2005):

- Estimar la contribución de los factores individuales que influyen en la calidad en la etapa del diseño del producto.
- Ganar la mejor condición para un proceso o un producto, así que las características en una buena calidad puedan ser sostenidas.

El arreglo ortogonal tiene la siguiente representación:

$$L_a(b)^c \quad (1)$$

Donde:

L: Indica que es un arreglo ortogonal

a: Número de corridas experimentales

b: Número de niveles para cada factor

c: Número de columnas o factores de un arreglo ortogonal

Marfil (1991), cita un ejemplo, donde se quiere probar el efecto de 7 factores, con 2 niveles cada uno, sobre una característica determinada: Porcentaje de unidades defectuosas de un producto en una línea de empaque. Por lo tanto se usó un arreglo ortogonal $L_8(2)^7$ (Véase en el Cuadro 2.7), también se identificaron 2 factores de ruido (humedad relativa y un componente x).

Cuadro 2.7. Arreglo Ortogonal $L_8(2)^7$

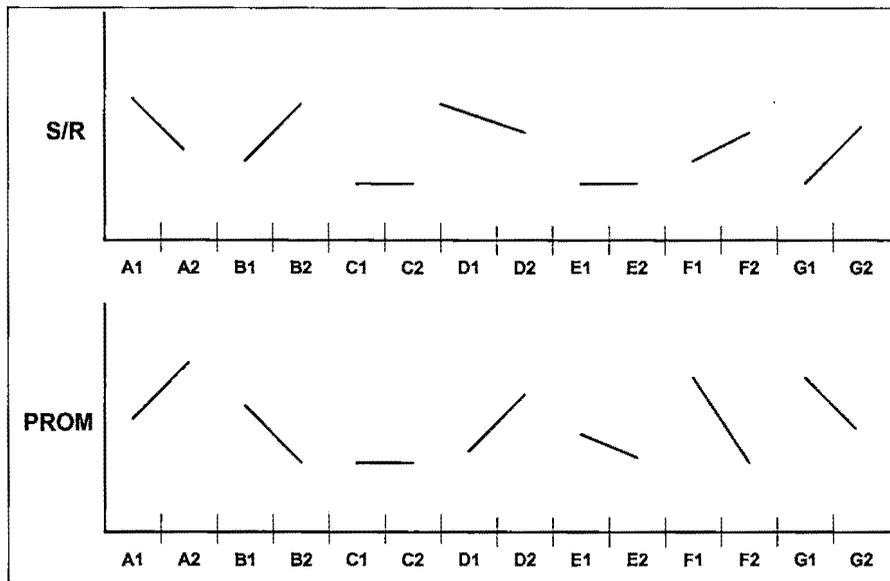
	1	2	3	4	5	6	7	
Nº	A	B	C	D	E	F	G	Resultado
1	1	1	1	1	1	1	1	Y ₁ Nivel 1
2	1	1	1	2	2	2	2	Y ₂ Nivel 1
3	1	2	2	1	1	2	2	Y ₃ Nivel 1
4	1	2	2	2	2	1	1	Y ₄ Nivel 1
5	2	1	2	1	2	1	2	Y ₁ Nivel 2
6	2	1	2	2	1	2	1	Y ₂ Nivel 2
7	2	2	1	1	2	2	1	Y ₃ Nivel 2
8	2	2	1	2	1	1	2	Y ₄ Nivel 2

Fuente: Marfil (1991)

Los resultados de los diseños ortogonales, se calcula con la relación *Señal/Ruido (S/R)* desarrollado por Taguchi (Véase en la Figura 2.17). La relación S/R implica 2 términos, la variación y la desviación contra el promedio o valor nominal. En su forma

experimental la S/R es simplemente la razón de la media a la desviación estándar (o el inverso del coeficiente de variación). La S/R debe maximizarse para lograr un diseño robusto. Después del cálculo de la relación S/R y de las medias para cada grupo de experimentación, se realiza la construcción de graficas lineales mediante el cálculo del efecto promedio de los factores (Marfil, 1991).

Figura 2.17. Análisis de Gráficas Factoriales



Fuente: Marfil (1991)

2.2.8. Metodología de Superficie de Respuesta

La metodología de superficie de respuesta o MSR, es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas útiles en el modelado y el

análisis de problemas en los que una respuesta de interés recibe la influencia de diversas variables y donde el objetivo es optimizar esta respuesta (Montgomery, 2004).

Según Kuehl (2000), los modelos polinomiales comúnmente empleados para el análisis de superficie de respuesta son el modelo lineal o de primer orden y el modelo cuadrático o de segundo orden. El modelo de primer orden para dos factores es:

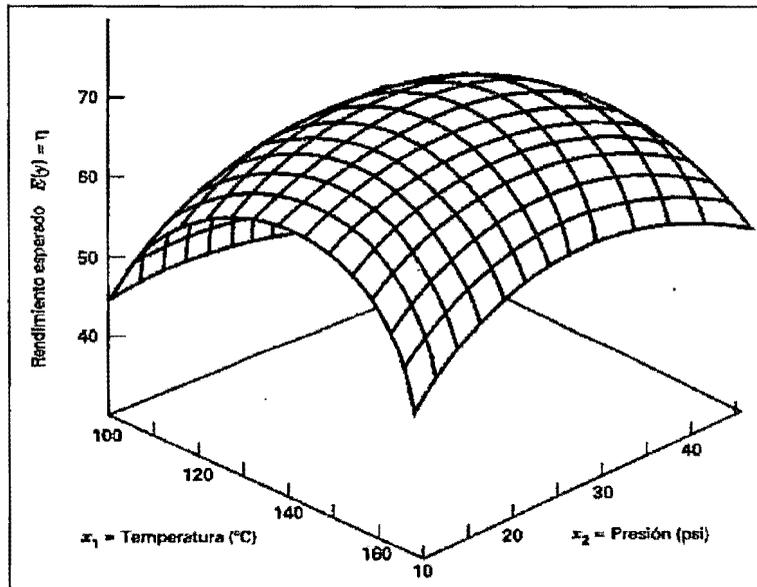
$$\mu_y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 \quad (2)$$

Y el modelo de segundo orden es:

$$\mu_y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 \quad (3)$$

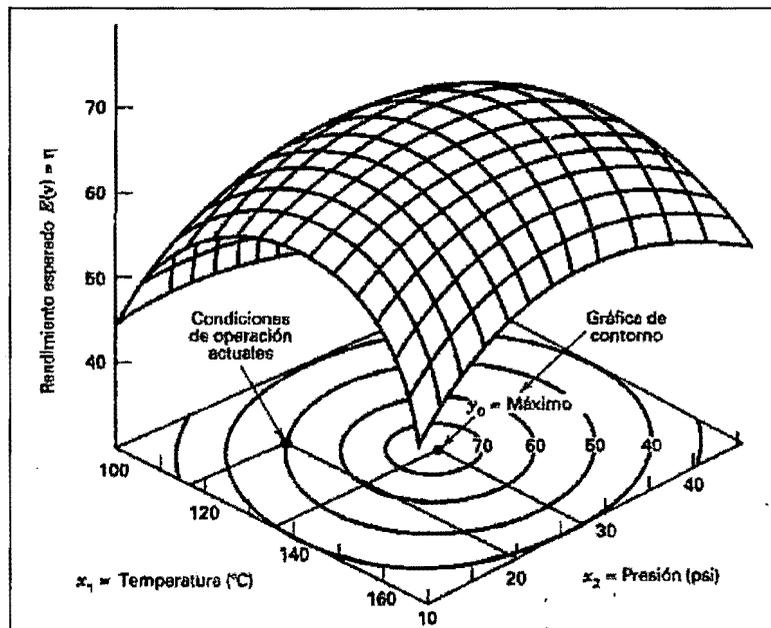
Por lo general la superficie de respuesta se representa gráficamente (Véase la Figura 2.18), donde la respuesta está en función de las variables independientes. Para ayudar a visualizar la forma de una superficie de respuesta, con frecuencia se grafican los contornos (Véase la Figura 2.19).

Figura 2.18. Gráfica Tridimensional de Superficie de Respuesta



Fuente: Montgomery (2004)

Figura 2.19. Gráfica de Contorno de una Superficie de Respuesta



Fuente: Montgomery (2004)

La Metodología de Superficie de Respuesta (MSR) presenta tres etapas principales: Screening, Método del Ascenso Pronunciado y Optimización (Montgomery, 2004).

a. Etapa I: Screening

Esta etapa se lleva a cabo con el objetivo de identificar y eliminar del proceso aquellas variables que no influyen sobre la eficiencia del proceso, así como verificar la falta de ajuste del modelo de primer orden a los datos obtenidos (Ayala y Pardo, 1995).

La adecuación del modelo de primer orden se comprueba a través del diseño factorial 2^k con aumento de puntos centrales, donde k presenta el número de factores y 2 el número de niveles de los factores.

Los diseños 2^2 con puntos centrales, por ejemplo, permiten al experimentador (Montgomery, 2004):

- Obtener una estimación del error.
- Verificar las interacciones (o términos de productos cruzados) del modelo.
- Verificar los modelos cuadráticos (curvatura).

b. Etapa II: Método del Ascenso más Pronunciado

El método del ascenso más pronunciado es un procedimiento para moverse secuencialmente sobre la trayectoria del ascenso más pronunciado, es decir, en la dirección del incremento máximo de la respuesta.

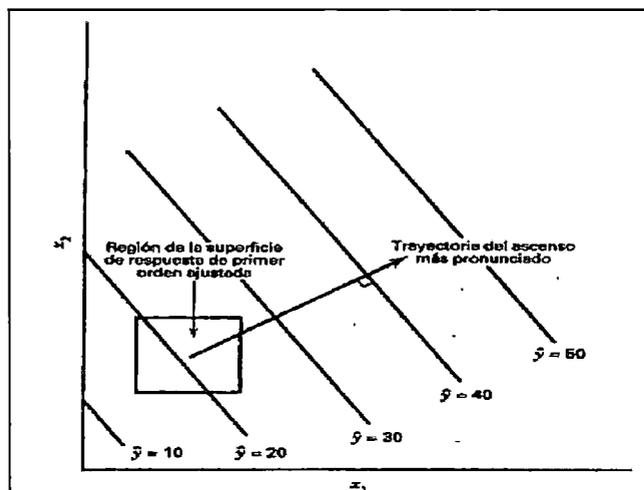
Desde luego, si lo que se pretende es una minimización, entonces esta técnica se llama método del descenso más pronunciado. El modelo de primer orden es:

$$\hat{y} = \hat{\beta}_0 + \sum_{i=1}^k \hat{\beta}_i x_i \quad (4)$$

La superficie de respuesta de primer orden, es decir, los contornos de \hat{y} , es una serie de líneas paralelas como las que se muestran en la Figura 2.20. La dirección del ascenso más pronunciado es aquella en la que \hat{y} se incrementa con mayor rapidez. Esta dirección es paralela a la normal de la superficie de respuesta ajustada. Por lo general se toma como la trayectoria del ascenso más pronunciado a la recta que pasa por el centro de la región de interés y que es normal a la superficie ajustada. Por lo tanto, los pasos sobre la trayectoria son proporcionales a los coeficientes de regresión ($\hat{\beta}_i$). El tamaño real del paso lo determina el experimentador con base en el conocimiento del

proceso de otras consideraciones prácticas. Se conducen experimentos sobre la trayectoria del ascenso más pronunciado hasta que deja de observarse un incremento adicional en la respuesta. Entonces puede ajustarse un nuevo modelo de primer orden, determinarse una nueva trayectoria del ascenso más pronunciado y el procedimiento continúa. En última instancia, el experimentador llegará a la vecindad del óptimo. En general, la falta de ajuste del modelo de primer orden indica que se ha llegado a ella. En este momento se realiza experimentos adicionales para obtener una estimación más precisa del óptimo (Montgomery, 2004).

Figura 2.20. Contornos de primer orden y trayectoria del ascenso más pronunciado



Fuente: Montgomery, 2004.

c. Etapa III: Ajuste de modelos de segundo orden

Una vez que se cumplieron los procedimientos anteriores: Falta de ajuste del Diseño de primer orden y Detección de Curvatura; se procederá al moldeamiento del proceso con un modelo de mayor grado que el lineal.

Cuando el experimentador se encuentra relativamente cerca del óptimo, por lo general se requiere un modelo que incorpore la curvatura para aproximar la respuesta. En la mayoría de los casos el modelo de segundo orden es adecuado (Montgomery, 2004).

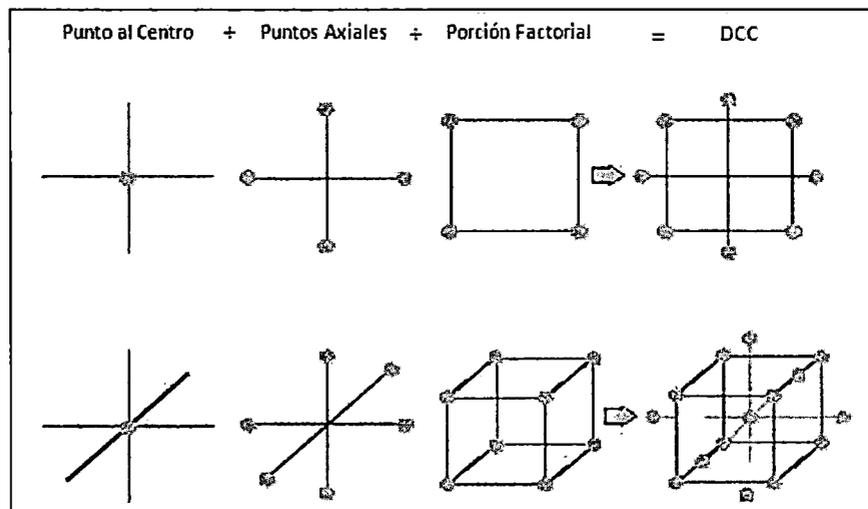
$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (5)$$

Los diseños de segundo orden de uso más frecuente son: Diseño Central Compuesto y Diseños de Box-Behnken.

Diseño Central Compuesto (DCC): es el tipo de diseño más utilizado en esta etapa para ajustar modelos de segundo orden, debido a su flexibilidad y eficiencia. Un DCC se puede construir a partir de un diseño factorial 2^k , donde se agregan puntos sobre los ejes en los que se denominan porción axial y puntos centrales que se denominarán porción central.

Hay dos parámetros en el DCC que deben ser especificados, uno es la distancia del punto axial al centro del diseño (α), y el número de puntos centrales (n_c). Generalmente, se recomienda de tres a cinco puntos centrales. La distancia α asegura que un diseño de superficie de respuesta de segundo orden sea rotatable. Esta distancia se define como $\alpha = (F)^{1/4}$; donde F corresponde al número de puntos de diseño de la porción factorial. En la Figura 2.21, se puede observar como la unión de puntos al centro, puntos axiales y porción factorial dan como resultado un DCC (Cuesta, 2010).

Figura 2.21. DCC para 2 y 3 factores



Fuente: Cuesta (2010)

Montgomery (2004), cita un ejemplo de Diseño Central Compuesto de dos factores y tres respuestas, que es la

consecuencia de aumentar los puntos axiales o puntos $\alpha(x_1 = 0, x_2 = \pm 1.414)$ y $(x_1 = \pm 1.414, x_2 = 0)$ al diseño de segundo orden para tener un mejor ajuste (Véase la Cuadro 2.8).

Cuadro 2.8. DCC para 2^2 y 3 respuestas

Variables Naturales		Variables Codificadas		Respuestas		
ξ_1	ξ_2	x_1	x_2	y_1 (rendimiento)	y_2 (viscosidad)	y_3 (peso molecular)
80	170	-1	-1	76,5	62	2940
80	180	-1	1	77,0	60	3470
90	170	1	-1	78,0	66	3680
90	180	1	1	79,5	59	3890
85	175	0	0	79,9	72	3480
85	175	0	0	80,3	69	3200
85	175	0	0	80,0	68	3410
85	175	0	0	79,7	70	3290
85	175	0	0	79,8	71	3500
92,07	175	1,414	0	78,4	68	3360
77,93	175	-1,414	0	75,6	71	3020
85	182,07	0	1,414	78,5	58	3630
85	167,93	0	-1,414	77,0	57	3150

Fuente: Montgomery (2004)

Para evaluar los diferentes diseños que pueden proporcionarse para ajustar una superficie de respuesta de segundo orden, es necesario algún criterio que constituya un buen diseño. Lógicamente, una propiedad útil es que los cálculos no sean muy

difíciles. En una consideración más extensiva de propiedades deseables, Box y Hunter propusieron el criterio de *Rotabilidad* (Cochran y Cox, 1990).

Cochran y Cox (1990) muestra los componentes de un Diseño Central Compuesto Rotable de segundo orden (Véase en el Cuadro 2.9).

Cuadro 2.9. Componentes de un DCCR de segundo orden

Número de variables (k)	Número de puntos en 2^k			Total N	Valor de α
	Factorial	Estrella	Centro		
3	8	6	6	20	1.682
4	16	8	7	31	2.000
5	16	10	6	32	2.000
6	32	12	9	53	2.378

Fuente: Cochran y Cox (1990)

2.2.9. Optimización por Respuestas Múltiples

Muchos problemas de superficie de respuesta incluyen el análisis de varias respuestas a la vez. Ello implica que se debe construir primero un modelo de superficie de respuesta adecuado para cada respuesta y después intentar encontrar un conjunto de condiciones

de operación que optimicen con cierto sentido todas las respuestas o que al menos las mantenga en los rangos deseados (Montgomery, 2004).

El enfoque general de dicha técnica consiste en convertir primero cada respuesta y_i en una función con condición de deseable individual o de deseabilidad (d_i) que varía en el rango $0 \ll d_i \ll 1$, donde, si la respuesta y_i está en su meta u objetivo, entonces $d_i = 1$ y si la respuesta está fuera de una región aceptable, $d_i = 0$ los valores individuales de deseabilidad (d) para cada respuesta, son luego combinados utilizando la media geométrica para obtener la condición de de Deseable Global (D), presentada en la siguiente ecuación:

$$D = (d_1 \cdot d_2 \cdot \dots \cdot d_k)^{1/m} \quad (6)$$

Donde hay m respuestas.

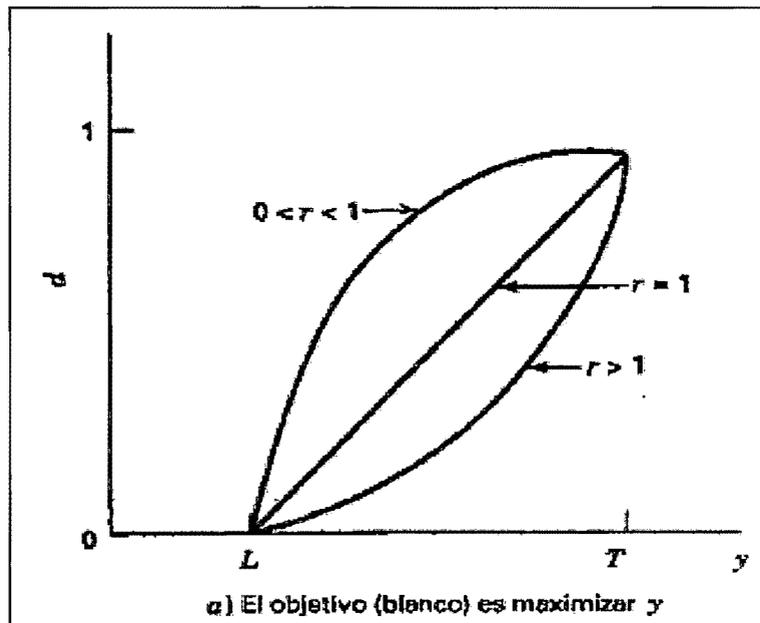
El valor D brinda una estimación total de la deseabilidad de los niveles de respuestas combinados. Claramente, el rango de los valores de D estarán dentro del intervalo $[0,1]$ y D se incrementará conforme el balance de las características o respuestas se haga más favorable (Cornell y Salazar, 2006).

La función con condición de deseable individual están estructuradas:
(Montgomery, 2004)

Si el objetivo T para la respuesta y es un valor máximo (Véase en la Figura 2.22), se define como:

$$d = \begin{cases} 0 & y < L \\ \left(\frac{y-L}{T-L}\right)^r & L \leq y \leq T \\ 1 & y > T \end{cases} \quad (7)$$

Figura 2.22. Función de deseabilidad individual para la maximización de una respuesta



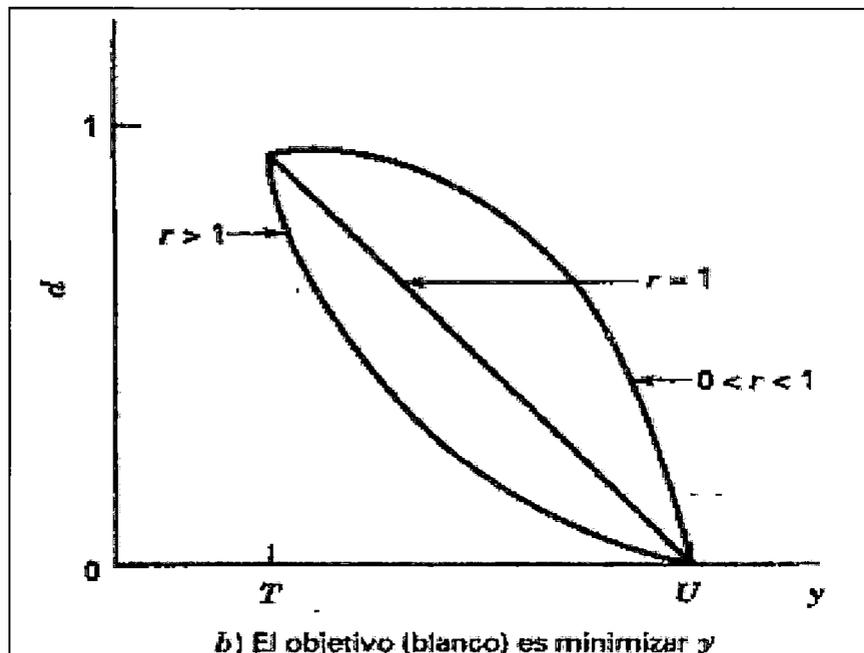
Fuente: Montgomery (2004)

Cuando la ponderación $r = 1$, la función con condición deseable es lineal. Al elegir $r > 1$ se pone más interés en estar cerca del valor objetivo, y cuando se elige $0 < r < 1$ esto tiene menos importancia.

Si el objetivo para la respuesta es un valor mínimo (Véase la Figura 2.23), se define como:

$$d = \begin{cases} 1 & y < T \\ \left(\frac{U-y}{U-T}\right)^r & L \leq y \leq B \\ 0 & y > U \end{cases} \quad (8)$$

Figura 2.23. Función de deseabilidad individual para la minimización de una respuesta

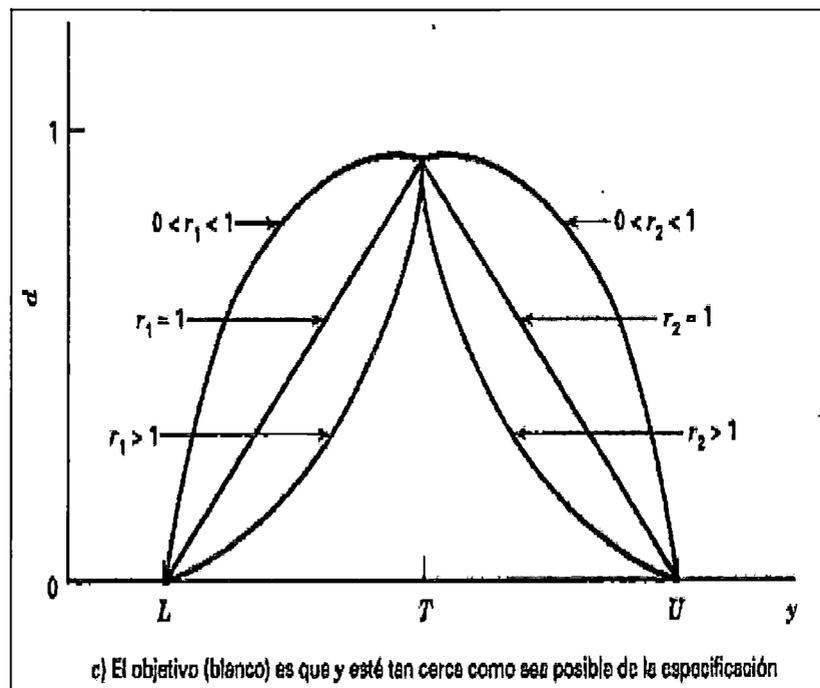


Fuente: Montgomery (2004)

Si el objetivo es obtener una respuesta a un nivel específico que se encontrara entre el límite inferior (L) y superior (U) (Véase la Figura 2.24), la función de deseabilidad se definirá como:

$$d = \begin{cases} 0 & y < L \\ \left(\frac{y-L}{T-L}\right)^r & L \leq y \leq T \\ \left(\frac{U-y}{U-T}\right)^r & T \leq y \leq U \\ 0 & y \geq U \end{cases} \quad (9)$$

Figura 2.24. Función de deseabilidad para la obtención de un nivel específico de una respuesta



Fuente: Montgomery (2004)

Un enfoque relativamente directo para optimizar varias respuestas que funciona bien cuando solo hay pocas variables en el proceso es la superposición de las gráficas de contorno de cada respuesta (Montgomery, 2004).

2.3. Definiciones Conceptuales

2.3.1. Harina de Tara

Es el polvo obtenido de la molienda del fruto del árbol de tara mediante un proceso mecánico simple de trituración de la vaina después de ser despepitada.

2.3.2. Extracto Tánico

Extracto de naturaleza tánica con bajos porcentajes de sólidos insolubles, producto de una decantación y filtración.

2.3.3. Extracto Tánico Concentrado

Producto de la concentración a vacío a bajas temperaturas de una solución de extracto tánico.

2.3.4. Maltodextrina DE 10

Material hidrosoluble de naturaleza polimérica con la propiedad de recubrir o envolver diversos compuestos.

2.3.5. Extracto Tánico Atomizado

Producto obtenido después del proceso de atomización, presentándose como un polvo fino.

2.3.6. Degradación térmica de taninos

Desnaturalización de las propiedades químicas de los taninos como consecuencias de altas temperaturas.

2.3.7. Valor estimado

Valores de las variables respuestas óptimas determinados en la presente investigación.

2.3.8. Valor observado

Valores promedios de las variables respuestas calculadas a la condición óptima del proceso, con el objetivo de comparar y validar los valores estimados respectivos.

CAPITULO III

VARIABLES E HIPOTESIS

3.1. Variables de la investigación

3.1.1. Variables Independientes

- ✓ Temperatura del aire de secado
- ✓ Velocidad del aire de secado
- ✓ Velocidad de alimentación
- ✓ Concentración de encapsulante

3.1.2. Variables Dependientes

- ✓ Rendimiento del producto final
- ✓ Degradación térmica de Taninos

3.2. Operacionalización de Variables

3.2.1. Empleando el Método Taguchi

Cuadro 3.1. Operacionalización de Variables empleando el Método Taguchi

Variable		Tipo	Dimensión	Indicador	Escala
Variable Independiente	Temperatura del Aire de secado	Cuantitativa Continua	Intensidad del flujo de calor	Degradación térmica de taninos	140°C
					160°C
					180°C
	Velocidad del aire de secado	Cuantitativa Discreta	Intensidad de flujo de aire	Incremento del rendimiento del producto final	6
					8
					10
	Velocidad de Alimentación	Cuantitativa Discreta	Intensidad del Flujo de alimentación	Disminución del rendimiento del producto final	1
					2
					3
	Concentración de encapsulante	Cuantitativa Continua	Efecto de la concentración del encapsulante	Menor degradación térmica de taninos	0 %p/p
					25 %p/p
					50 %p/p
Variable Dependiente	Rendimiento del producto final	Cuantitativa Continua	Peso de sólidos totales del producto final	Incremento del peso del producto final	Porcentaje (%)

3.2.2. Empleando la Metodología de Superficie de Respuesta

Cuadro 3.2. Operacionalización de Variables Empleando la Metodología de Superficie de Respuesta

Variable		Tipo	Dimensión	Indicador	Escala
Variable Independiente	Temperatura del Aire de secado	Cuantitativa Continua	Intensidad del flujo de calor	Degradación térmica de taninos	140°C
					180°C
	Velocidad del aire de secado	Cuantitativa Discreta	Intensidad de flujo de aire	Incremento del rendimiento del producto final	10
	Velocidad de Alimentación	Cuantitativa Discreta	Intensidad del Flujo de alimentación	Disminución del rendimiento del producto final	1
	Concentración de encapsulante	Cuantitativa Continua	Efecto de la concentración del encapsulante	Menor degradación térmica de taninos	10 %p/p
40 %p/p					
Variable Dependiente	Rendimiento del producto final	Cuantitativa Continua	Peso de sólidos totales del producto final	Incremento del peso del producto final	Porcentaje (%)
	Degradación térmica de taninos	Cuantitativa Continua	Concentración de taninos	Disminución de la concentración de taninos	Porcentaje (%)

3.3. Hipótesis

3.3.1. Hipótesis general

La condición óptima del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) determinada por los Métodos de Taguchi y Superficie de Respuesta afectan el rendimiento y la degradación térmica de los taninos del producto final.

3.3.2. Hipótesis específicas

- La temperatura del aire en el proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) determinado por el Método de Taguchi afecta de manera significativa al rendimiento del producto final.
- La velocidad del aire en el proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) determinado por el Método de Taguchi afecta de manera significativa al rendimiento del producto final.

- La velocidad de alimentación en el proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) determinado por el Método de Taguchi afecta de manera significativa al rendimiento del producto final.
- La concentración del encapsulante en el proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) determinado por el Método de Taguchi afecta de manera significativa al rendimiento del producto final.
- El modelo matemático ajustado, obtenido por el Método de Superficie de Respuesta, del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*), permite determinar significativamente el rendimiento del producto final.
- El modelo matemático ajustado, obtenido por el Método de Superficie de Respuesta, del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*), permite determinar significativamente la degradación térmica de taninos del producto final.

- El valor estimado obtenido mediante la Función de Deseabilidad Global (D) permite determinar la condición óptima del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*) que maximiza el Rendimiento y a la vez minimiza la Degradación térmica de taninos en el producto final.

CAPITULO IV

METODOLOGIA

4.1. Tipo de Investigación

Por su finalidad, la presente investigación se caracteriza por ser Aplicada ya que el fin es resolver un problema de naturaleza práctica. Por su profundidad se caracteriza por ser Explicativa, ya que además de medir las variables dependientes, estudia las relaciones de influencia de las variables independientes, y de esta manera busca el porqué del fenómeno mediante las relaciones de causa–efecto. Finalmente por su Naturaleza se caracteriza por ser Experimental ya que este tipo de investigación permite controlar, alterar o manipular el factor causal con el fin de determinar el efecto deseado.

4.2. Diseño de la Investigación

La presente investigación estuvo conformada por cuatro etapas las cuales son detalladas a continuación:

4.2.1. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria

Debido a que se desconocía el comportamiento del proceso de secado por atomización sobre la muestra del extracto tánico concentrado. Se decidió realizar pruebas preliminares a la presente investigación con el objetivo de observar los resultados de los rendimientos y de la degradación térmica de taninos y así determinar cuál de estas dos respuestas convendrían estudiarse en primera instancia o priorizar. Según esto, se diseñó una matriz de factores con las condiciones de proceso presentada en la Tabla 4.1.

Según Zalacain (2001), la temperatura de aire de secado es un factor crítico en el proceso de secado por atomización de extractos tánicos de naturaleza hidrolizables, debido a su influencia negativa tanto en la degradación térmica de taninos así como en el rendimiento del extracto atomizado.

Durante las pruebas preliminares, se mantuvo constante la velocidad del aire de secado en el nivel 6 y la velocidad de alimentación en el nivel 1, según el diseño del equipo atomizador (M1 Spray Drier Labtex), asimismo no se empleó encapsulante durante estas pruebas, variándose únicamente la temperatura del aire de secado en el rango de 100°C a 160°C.

Tabla 4.1. Diseño de pruebas preliminares

Tratamiento	Factores			
	F1	F2	F3	F4
1	100	6	1	0
2	120	6	1	0
3	140	6	1	0
4	160	6	1	0

Donde:

F1: Temperatura de aire de secado (°C)

F2: Velocidad del aire de secado

F3: Velocidad de alimentación

F4: Concentración de encapsulante (%p/p)

Las pruebas preliminares, también nos ayudó a establecer los factores y niveles iniciales, como punto de partida al estudio de nuestra investigación.

4.2.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos

Según Marfil (1991), existen diseños con arreglos ortogonales que permiten el estudio teniéndose en cuenta el número de factores, los niveles de variación y la capacidad para comprobar las interacciones entre los factores.

Una vez determinado la variable de respuesta prioritaria, se establecieron los factores y niveles a estudiar, los cuales se muestran en la Tabla 4.2, del cual se diseñó el arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del método Taguchi tal como se presenta en la Tabla 4.3. Este diseño nos permitirá estudiar los efectos de los factores principales y sus interacciones así como los niveles de variación en cada uno de ellos.

Una vez diseñado los diferentes tratamientos, se caracterizó fisicoquímicamente el material de entrada al proceso de secado por atomización de acuerdo a cada tratamiento. Los tratamientos se llevaron a cabo por triplicado y de manera aleatoria con el fin de evitar el efecto de factores externos o de ruido.

Tabla 4.2. Factores y niveles del Arreglo Ortogonal $L_{27}(3^4)$

Factores			Niveles		
			1	2	3
F1:	Temperatura del aire de secado	°C	140	160	180
F2:	Velocidad del aire de secado	--	6	8	10
F3:	Velocidad de alimentación	--	1	2	3
F4:	Concentración del encapsulante	% pp	0	25	50

Tabla 4.3. Diseño del Arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del Método Taguchi

Tratamiento	Factores			
	F1	F2	F3	F4
1	1	1	1	1
2	1	1	2	2
3	1	1	3	3
4	1	2	1	2
5	1	2	2	3
6	1	2	3	1
7	1	3	1	3
8	1	3	2	1
9	1	3	3	2
10	2	1	1	2
11	2	1	2	3
12	2	1	3	1
13	2	2	1	3
14	2	2	2	1
15	2	2	3	2
16	2	3	1	1
17	2	3	2	2
18	2	3	3	3
19	3	1	1	3
20	3	1	2	1
21	3	1	3	2
22	3	2	1	1
23	3	2	2	2
24	3	2	3	3
25	3	3	1	2
26	3	3	2	3
27	3	3	3	1

4.2.3. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados

En esta nueva etapa se consideraron las dos variables de respuesta, Rendimiento del producto final y la Degradación térmica de taninos.

Los modelos fueron ajustados considerando los factores y niveles a estudiar, como se muestran en la Tabla 4.4 y se diseñó la matriz de factores y niveles empleando el Diseño Central Compuesto Rotable (DCCR) de la Metodología de Superficie de Respuesta y así determinar el número de tratamientos tal como se muestra en la Tabla 4.5. Los tratamientos se llevaron a cabo por triplicado y de manera aleatoria con el fin de evitar el efecto de factores externos o de ruido.

Establecido el diseño, se caracterizó fisicoquímicamente el material de entrada al proceso de secado por atomización de acuerdo a cada tratamiento.

Tabla 4.4. Factores y sus niveles empleados para el DCCR

Factores		Niveles					
		-1,414	-1	0	1	1,414	
A:	Temperatura del aire de secado	°C	131,72	140	160	180	188,28
B:	Concentración de encapsulante	% pp	3,79	10	25	40	46,21

Tabla 4.5. DCCR según la Metodología de Superficie de Respuesta

Tratamiento	Factores	
	A	B
1	-1	-1
2	1	-1
3	-1	1
4	1	1
5	-1,414	0
6	1,414	0
7	0	-1,414
8	0	1,414
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	0	0
13	0	0

Salida del software: Design Expert 9.0

4.2.4. Etapa IV: Determinación de la condición óptima

En esta etapa se empleó la técnica de Optimización de Respuestas Múltiples para la optimización simultánea de las variables de respuesta en estudio desarrolladas por Derringer y Suich, (1980).

Una vez establecido los modelos ajustados para cada variable de respuesta, se procedió a encontrar la condición que maximiza el rendimiento del producto final y minimiza la degradación térmica de

taninos. Los resultados en esta etapa usualmente tienden a tener más de una solución, los cuales se reportaron en la Tabla 4.6.

Tabla 4.6. Posibles soluciones óptimas

Solución	Factores	
	A	B
1		
2		
3		
:		
n		

Elegida la solución óptima, se procedió a la validación del mismo tanto para el rendimiento del producto final como para la degradación térmica de taninos a través de la prueba t para la media de una población.

4.3. Población y Muestra

4.3.1. Población:

Las vainas de Tara (*Caesalpinia spinosa*) empleadas en la presente investigación fueron del biotipo "Roja Ayacuchana", procedentes del departamento de Ayacucho, Distrito Pausa ubicado a 15° 16' 32" de latitud Sur y 73° 20' 33" de longitud Oeste, en la cadena montañosa de la Cordillera de los Andes.

La población de la presente investigación estuvo conformadas por 50kg de Tara (*Caesalpinia spinosa*), del biotipo "Roja Ayacuchana", procedentes del departamento de Ayacucho, Distrito Pausa ubicado a 15° 16' 32" de latitud Sur y 73° 20' 33" de longitud Oeste, en la cadena montañosa de la Cordillera de los Andes.

Las vainas de Tara fueron recepcionadas envasadas en sacos de polietileno y cajas de cartón corrugado en el Centro Experimental Tecnológico (CET) de la Universidad Nacional del Callao, ubicado en la Ciudad Universitaria, Bellavista – Callao, donde se llevó a cabo la parte operacional, experimental así como los análisis fisicoquímicos y microbiológicos. Así mismo, las mediciones espectrofotométricas se realizaron en el Laboratorio de la Facultad de Ingeniería de Alimentos, de la Universidad Nacional del Callao, ubicado en Chucuito – Callao.

4.3.2. Muestra:

La unidad de muestra estuvo conformada por 130g de vainas de Tara, los cuales fueron seleccionados de forma aleatoria y simple para la obtención de 80g de harina de tara requeridos por tratamiento según los diseños experimentales establecidos.

4.4. Técnicas e instrumentos de recolección de datos

- **Determinación de Humedad (Método AOAC 925.10, 2000)**

La determinación de humedad se realizó empleando una termobalanza modelo A&D MX-50, la cual se programó a modo estándar (Std), seleccionándose la exactitud (accuracy) LO, masa de muestra de 1g, unidad (%), tasa de secado para finalizar la medición de 0,10%/min y temperatura de secado de 70°C. Posteriormente se taró el equipo con el platillo y se procedió a pesar $1 \pm 0,001$ g de muestra en la termobalanza, la cual se dispersó uniformemente en el plato de la muestra y se cerró la cubierta del calentador para dar inicio a la determinación de humedad. El porcentaje de humedad se leyó en la pantalla de LCD del equipo directamente. Las determinaciones se realizaron por triplicado.

- **Determinación de Sólidos Totales (Mattisek, 1998)**

A partir del resultado obtenido en el análisis de humedad (siguiendo el procedimiento indicado en el Método AOAC 925.10, 2000), se determinaron los sólidos totales (ST).

$$S_T = 100 - \text{Humedad (\%)} \quad (10)$$

Donde:

S_T : Sólidos Totales (%)

- **Determinación de Cenizas (Método AOAC 923.03, 1990)**

Se pesaron al 0,1mg en una cápsula previamente calcinada y tarada (m_0), 2g de muestra homogeneizada (m_1), previamente calcinada y tarada, luego se colocó en la mufla e incineró a 550°C por 8 horas, hasta obtener cenizas blancas o grisáceas y peso constante. Al cumplirse el tiempo de incineración, se llevaron las muestras a un desecador, se dejaron enfriar y se pesaron (m_2) tan pronto se llegó a la temperatura ambiente. Las determinaciones se realizaron por triplicado. El resultado se expresó en porcentaje (%) de muestra.

$$\text{Cenizas Totales (\%)} = \left(\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \right) 100 \quad (11)$$

Donde:

m_0 : Masa de la cápsula vacía (g)

m_1 : Masa de la cápsula con la muestra (g)

m_2 : Masa de la cápsula con las cenizas (g)

- **Determinación de Proteínas (Método AOAC 12.1.07, 2000)**

El procedimiento seguido para la determinación de proteínas se dividió en las etapas de digestión, neutralización, destilación y titulación, las cuales son detalladas a continuación:

Digestión: Se pesaron 0,2g de muestra y 0,8g de mezcla digestora en un matraz Kjeldahl, se adicionó lentamente y de una campana de extracción, 4 ml de ácido sulfúrico concentrado, haciéndolo resbalar por el cuello del matraz. Enseguida se encendió el extractor Kjeldahl y se colocó el matraz sobre una de las parrillas, de manera que la boca del matraz quedó dentro de una de los orificios del extractor de vapores. Se mantuvo el calentamiento suave hasta que la solución contenida en el matraz se aclaró, posteriormente se apagó la parrilla y dejó que el matraz se enfríe. Posteriormente, se encendió el aparato de destilación Kjeldahl a 80°C para que se el acondicionamiento de la temperatura.

Neutralización: Tan pronto como el matraz se enfrió, se adiciono lentamente gota por gota 12ml de NaOH al 45% se realizó en baño de agua fría) y 10ml de agua destilada.

Destilación: Una vez alcanzada la temperatura del destilador, se enjuagó este con agua destilada y enseguida se agregó la muestra

antes mencionada, en la alargadera final que presenta el refrigerante se introdujo un matraz de 50ml que contenía 5ml de ácido bórico al 4% y tres gotas de indicador rojo de metilo. Se procedió a abrir la llave de agua de entrada al refrigerante y verificó que esté circulando adecuadamente, la destilación se realizó hasta que el contuvo 40ml de la mezcla ya destilada.

Titulación: Se procedió a valorar el destilado obtenido con solución de HCl 0,1N. Se determinó el contenido de proteína en la muestra, siguiendo la siguiente ecuación:

$$\text{Proteína (\%)} = \left(\frac{6,25 \cdot 14 \cdot N \cdot V}{m \cdot 1000} \right) 100 \quad (12)$$

Donde:

V: Gasto de HCL 0,1N (ml)

m: Masa de la muestra (g)

- **Determinación de Sólidos Solubles Totales (°Brix) (Método AOAC 932.12, 1990)**

La determinación de sólidos solubles totales (°Brix) se realizó en un refractómetro digital (MA 871) con escala de 0 a 85°Bx. La calibración del refractómetro se realizó colocando unas gotas de

agua destilada a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sobre el sensor óptico del refractómetro, enseguida se ajustó la escala a cero, luego se procedió a limpiar y secar el sensor óptico con papel tissue. Después se colocó unas gotas de la muestra sobre el sensor óptico, y se presionó la opción READ, con lo cual se realizó la lectura, y se leyó directamente el porcentaje de sólidos solubles totales en la escala de grados Brix. Las mediciones se realizaron por triplicado.

- **Determinación de pH (Método AOAC 10.035, 1995)**

El pH de las muestras se determinó empleando un potenciómetro digital (marca VWR Scientific Products), el cual se calibró antes de realizar las mediciones, usando dos soluciones buffer de calibración de pH 4 y 7. El electrodo del potenciómetro se sumergió en las muestras, cubriendo perfectamente el sensor y se tomó la lectura del pH de la pantalla, luego el electrodo fue retirado y se enjuagó con agua destilada. Las mediciones se realizaron por triplicado.

- **Determinación de Densidad (Método AOAC 962.37, 1995)**

Se determinó la densidad de las muestras empleando un picnómetro de volumen de 50ml. Se pesó el picnómetro vacío, limpio y seco (m_0). Luego se pesó el picnómetro lleno de agua destilada (m_1).

Posteriormente se pesó el picnómetro lleno de la muestra (obteniéndose m_2). El llenado de las muestras y agua al picnómetro se realizó hasta su enrasado adecuadamente. En algunos casos se requirió del secado adecuado del picnómetro con papel toalla, asegurando que éste se encuentre bien seco por fuera. La densidad fue determinada bajo la siguiente relación:

$$\rho_m = \left(\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \right) \rho_a \quad (13)$$

Donde:

m_0 : Masa del picnómetro vacío (g)

m_1 : Masa del picnómetro con agua (g)

m_2 : Masa del picnómetro con la muestra (g)

ρ_a : Densidad del agua (g/cm^3) a 20°C

ρ_m : Densidad de la muestra (g/cm^3) a 20°C

- **Determinación de Viscosidad (Método AOAC 22.009, 1984)**

La viscosidad se determinó por medio de un viscosímetro de Ostwald. Inicialmente se procedió a realizar la calibración del viscosímetro con agua destilada como fluido de referencia. Posteriormente se procedió a llenar el viscosímetro limpio y seco con

10ml del líquido problema, a través del tubo de mayor diámetro. El viscosímetro se introdujo en el baño termostático para mantener una temperatura media constante de $20\pm 1^\circ\text{C}$, esto se realizó en la muestra como para el líquido de referencia. Posteriormente se succionó la muestra con una bombilla hasta que el menisco de la solución alcanzara el nivel superior del viscosímetro y se midió el tiempo de paso de la muestra hasta el nivel inferior del mismo. Este procedimiento fue realizado también para el líquido de referencia con la finalidad de determinar el valor de la constante del viscosímetro. Las mediciones se realizaron por triplicado.

La viscosidad fue calculada bajo la siguiente relación:

$$\frac{\mu_1}{\mu_2} = \frac{\rho_1 \cdot t_1}{\rho_2 \cdot t_2} \quad (14)$$

Donde:

μ_1 : Viscosidad de la muestra (cP) a 20°C

μ_2 : Viscosidad de agua (cP) a 20°C

ρ_1 : Densidad de la muestra (g/cm^3) a 20°C

ρ_2 : Densidad del agua (g/cm^3) a 20°C

t_1 : Tiempo de paso de la muestra entre las marcas A y B (s)

t_2 : Tiempo de paso del agua entre las marcas A y B (s)

- **Determinación de Polifenoles y Taninos Totales (Lastra, 2000, Palici *et al.*, 2005 y Makkar *et al.*, 1993)**

La determinación de polifenoles y taninos totales se llevó a cabo empleando el método espectrofotométrico desarrollado por Folin y Ciocalteu, reportado por Makkar *et al.* (1993), Lastra (2000) y Palici *et al.* (2005). Se empleó el espectrofotómetro UV/VIS (Marca Óptima), donde se utilizó como patrón al Ácido tánico (Merck S.A) y los reactivos Folin – Ciocalteu (Merck S.A), carbonato de sodio (20%) (Merck S.A) y gelatina.

El método consistió en 2 etapas: La etapa (A) donde se cuantificaron los polifenoles totales en la muestra, y la etapa (B) donde se cuantificaron los polifenoles residuales después del secuestro de los taninos con gelatina.

El procedimiento seguido para la determinación de polifenoles y taninos totales en el extracto acuoso y polvo atomizado se dividió en las siguientes etapas detalladas a continuación:

1º. Determinación de la Curva Espectral

Se realizó el barrido espectral con la finalidad de determinar la longitud de onda analítica donde la muestra presentó la máxima

absorción. Se empleó como patrón ácido tánico (Merck S.A) preparado a la concentración de 0,1mg Ác. Tánico/ml, tal como se muestra en el Anexo 4. La solución patrón fue tratada con los reactivos (Folin Ciocalteu y Na_2CO_3) para la formación del cromógeno de color azul, paralelamente se preparó el blanco, el cual contenía todos los reactivos excepto la solución patrón, la cual fue reemplazada con agua destilada.

Se procedió a la medición de las absorbancias de la muestra patrón, en el intervalo espectral comprendido entre 690 y 795nm, en pasos de 15nm. Las mediciones se realizaron por triplicado. Finalmente se construyó la gráfica de la curva espectral a partir de los resultados obtenidos de absorbancia del patrón versus longitud de onda.

2º. Determinación de la Curva de Calibración

Se realizó la construcción de dos curvas de calibración, para la determinación de polifenoles totales y polifenoles residuales siguiendo las concentraciones de los reactivos tal como se muestran en el Anexo 5 y en el Anexo 6 respectivamente. Se empleó como patrón ácido tánico (Merck S.A). Se pesaron con precisión 25mg de ácido tánico, se transfirieron a una fiola de 25ml

y se completó el volumen con agua destilada. Posteriormente se midió 2,5ml para la construcción de la Curva de Calibración de Polifenoles Totales o 0,25ml para la construcción de la Curva de calibración de Polifenoles Residuales y fueron transferidos a una fiola de 25ml enrasando con agua destilada. Se obtuvo la solución patrón a la concentración 0,1mg Ác. Tánico/ml y 0,01mg Ác. Tánico/ml para la Curva de Calibración de Polifenoles Totales y Residuales respectivamente (Makkar *et al.*, 1993).

A partir de la solución patrón, se realizaron ocho diluciones con concentraciones entre 4mg/L y 32mg/L, equivalentes a 5µg y 40µg de Ác. Tánico respectivamente, en pasos de 5µg. Las diluciones fueron tratadas con los reactivos (Folin Ciocalteu y Na₂CO₃) para la formación del cromógeno de color azul, paralelamente se preparó el blanco, el cual contenía todos los reactivos excepto la solución patrón, la cual fue reemplazada con agua destilada.

Todas las mediciones se realizaron por triplicado. Los valores de absorbancia obtenidos se graficaron en función de la concentración de las soluciones. A fin de conocer las concentraciones de las muestras ensayadas a partir de las absorbancias medidas, se utilizó la Ley de Lambert y Beer, representada por la siguiente ecuación:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot C \quad (15)$$

Donde:

A: Absorbancia medida

ε : Coeficiente de extinción determinado a partir de la pendiente de la curva de calibración ($\text{mL} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{mg}^{-1}$)

b: Camino óptico (1cm)

C: Concentración de la muestra, expresada como mg Ác. Tánico /mL

3°. Etapa A: Determinación de Polifenoles Totales

Extracto Tánico Acuoso:

Muestra de ensayo: Se midieron 400 μl de extracto líquido de tara y fueron transferidos a una fiola de 25ml, diluyendo con agua destilada hasta enrase. De la solución anterior se realizó una dilución de 1:25. Luego se tomaron 200 μl y fueron transferidos a un vaso de precipitado de 25ml, adicionándoles posteriormente 1050 μl de agua destilada y 625 μl de reactivo de Folin Ciocalteu. Después de 5 minutos, se adicionó 3125 μl de solución al 20% (p/v) de carbonato de sodio. Paralelamente se preparó un blanco con agua

destilada. Se dejó reposar por 30 minutos para su lectura en el equipo espectrofotómetro.

Blanco: Se preparó paralelamente y bajo el mismo procedimiento que la muestra de ensayo, reemplazando la muestra ensayo por agua destilada.

Extracto Tánico en Polvo:

Muestra de ensayo: Se realizó la dilución de 1:25 (extracto atomizado de tara/agua destilada) (p/v), para lo cual previamente en un vaso de precipitado de 25ml se pesó exactamente 1g de muestra (extracto atomizado de tara) y se adicionó 15ml de agua destilada, se diluyó la muestra en polvo bajo agitación magnética constante por 20 minutos, hasta lograr una solución homogénea; posteriormente la dilución obtenida se transfirió a una fiola de 25 ml, diluyéndose con agua destilada hasta su enrase. De la dilución obtenida se midieron 100µl y se transfirieron a una fiola de 25ml y se aforó con agua destilada hasta su enrase. Luego se tomaron 200µl y fueron transferidos a un vaso de precipitado de 25ml, adicionándoles posteriormente 1050µl de agua destilada y 625µl de reactivo de Folin Ciocalteu. Después de 5 minutos, se adicionó 3125µl de solución al 20% (p/v) de carbonato de sodio.

Paralelamente se preparó un blanco con agua destilada. Se dejó reposar por 30 minutos para su lectura en el equipo espectrofotómetro.

Blanco: Se preparó paralelamente y bajo el mismo procedimiento que la muestra de ensayo, reemplazando la muestra ensayo por agua destilada.

Este procedimiento se muestra en el Anexo 7 y en el Anexo 8.

4°. Etapa B: Determinación de Polifenoles Residuales

Extracto tánico acuoso:

Muestra de ensayo: En un vaso de precipitado se realizó la dilución de 1:1 (extracto de tara/agua destilada), se agitó por 2 minutos. Luego se midió exactamente 1ml de la dilución obtenida y fue transferido a un vaso de precipitado de 50ml, adicionándole posteriormente 4ml de agua destilada, 2,5ml de solución de gelatina al 25% (p/v) y 5ml de solución saturada de cloruro de sodio acidificada. Se tapó y agitó durante 30 minutos, dejándose reposar para posteriormente filtrar. Del filtrado se tomaron 300µl y se transfirieron a una fiola de 25ml, diluyendo con agua destilada hasta enrase. Luego se tomaron 200µl y fueron transferidos a un

vaso de precipitado de 25ml, adicionándoles posteriormente 1050 μ l de agua destilada y 625 μ l de reactivo de Folin Ciocalteu. Después de 5 minutos, se adicionó 3125 μ l de solución al 20% (p/v) de carbonato de sodio y se dejó reposar por 30 minutos.

Blanco: Se preparó paralelamente y bajo el mismo procedimiento que la muestra de ensayo, reemplazando la muestra ensayo por agua destilada.

Extracto tánico en polvo:

Muestra de ensayo: Se realizó la dilución de 1:25 (extracto atomizado de tara/agua destilada) (p/v), para lo cual previamente en un vaso de precipitado de 25ml se pesó exactamente 1g de muestra (extracto atomizado de tara) y se adicionó 15 ml de agua destilada, se diluyó la muestra en polvo bajo agitación magnética constante por 20 minutos, hasta lograr una solución homogénea; posteriormente la dilución obtenida se transfirió a una fiola de 25ml, diluyéndose con agua destilada hasta su enrase. De la dilución obtenida se midió 1ml y se transfirió a un vaso de precipitado de 25ml, adicionándole posteriormente 4ml de agua destilada, 2,5ml de solución de gelatina al 25% (p/v) y 5ml de solución saturada de cloruro de sodio acidificada. Se tapó y agitó durante 30 minutos,

dejándose reposar para posteriormente filtrar. Del filtrado se tomaron 300µl y se transfirieron a una fiola de 25ml, diluyendo con agua destilada hasta enrase. Luego se tomaron 200µl y fueron transferidos a un vaso de precipitado de 25ml, adicionándoles posteriormente 1050µl de agua destilada y 625µl de reactivo de Folin Ciocalteu. Después de 5 minutos, se adicionó 3125µl de solución al 20% (p/v) de carbonato de sodio. Paralelamente se preparó un blanco con agua destilada. Se dejó reposar por 30 minutos para su lectura en el equipo espectrofotómetro.

Blanco: Se preparó paralelamente y bajo el mismo procedimiento que la muestra de ensayo, reemplazando la muestra ensayo por agua destilada.

Este procedimiento se muestra en el Anexo 7 y en el Anexo 8.

El contenido de Polifenoles Totales (PT) y Polifenoles Residuales (PR), se calculó de la siguiente forma:

$$C = \frac{m \cdot A \cdot f_d}{Hbs} \quad (16)$$

Donde:

C: Concentración de la muestra (mg Ác. Tánico/g muestra bs)

m: Pendiente de la curva de calibración (mg Ác. Tánico/ml)

A: Absorbancia leída a 765nm

f_d: Factor de dilución

Hbs: Humedad en base seca de la muestra (g sólidos totales/ml de muestra)

- **Determinación de No Taninos (Bravo, 2010)**

La determinación de No Taninos, se realizó a partir de la determinación de taninos y sólidos solubles totales.

$$\text{No Taninos (\%)} = \text{SST} - \text{TT} \quad (17)$$

Donde:

SST: Sólidos Solubles Totales (%)

TT: Taninos Totales (%)

- **Análisis Microbiológicos**

Se realizaron análisis microbiológicos al extracto tánico atomizado bajo condiciones óptimas. A continuación se detalla el procedimiento seguido para la cuantificación de los parámetros microbiológicos:

Preparación de la muestra y diluciones: Se pesaron 10g de la muestra en una bolsa de Stomacher, a la cual se añadió 90ml de agua peptona al 0,1% estéril. Se homogenizó la muestra accionando el Stomacher durante 2 minutos. El contenido de la bolsa del Stomacher (la muestra homogenizada) fue la dilución 10^{-1} de la muestra original de extracto atomizado de tara (solución madre).

Posteriormente, se tomó con una pipeta estéril 1ml de esta primera dilución (10^{-1}) y se vertió en un tubo que contenía 9ml de agua peptona al 0,1%, obteniéndose la dilución 10^{-2} . Se realizó este último procedimiento en tubos conteniendo 9 ml de agua peptona al 0,1% hasta llegar a la dilución deseada (10^{-5}).

Recuento Total de Bacterias Aerobias Mesófilas (ISO 4833-2:2003)

Se vertió 1ml de cada dilución por duplicado en placas de Petri y se agregó de 15 - 20ml de Agar para recuento aeróbico (APC) fundido y mantenido a aproximadamente 45 - 50°C. Se mezcló mediante agitación manual suave (movimientos circulares) para lograr una distribución homogénea, durante un lapso igual o superior a un minuto, evitando mojar los bordes de la placa; se dejó enfriar sobre

una superficie plana y horizontal. Siguiendo las mismas indicaciones, se procedió a sembrar tres diluciones sucesivas.

Una vez solidificado el agar, se invirtieron las placas de Petri e incubaron a $30 \pm 1^\circ\text{C}$ durante $72 \pm 3\text{h}$. Se contaron las colonias y posteriormente se calculó el valor de recuento total. Se seleccionaron las placas con recuento entre 15 y 300 colonias, se multiplicó el número promedio de colonias contadas en las placas por el factor de dilución correspondiente y se reportó como "UFC/g de muestra".

Recuento de Coliformes Totales (ISO 4832:2006)

Se vertió 1ml de cada dilución por duplicado en placas de Petri y se agregó de 15ml de Agar VRB (Violeta, Rojo y Bilis Agar) y fundido y mantenido a aproximadamente $45 - 50^\circ\text{C}$. Se mezcló mediante agitación manual suave (movimientos circulares) para lograr una distribución homogénea, durante un lapso igual o superior a un minuto, evitando mojar los bordes de la placa; se dejó enfriar y solidificar sobre una superficie plana y horizontal. Posteriormente se adicionó 5ml más de medio fundido atemperado a $45 - 50^\circ\text{C}$. Siguiendo las mismas indicaciones, se procedió a sembrar tres diluciones sucesivas.

Una vez solidificado el agar, se invirtieron las placas de Petri e incubaron a $37 \pm 1^\circ\text{C}$ durante $24 \pm 1\text{h}$. Para el reconocimiento de las colonias de coliformes se tuvo en consideración su aspecto rojo ladrillo eventualmente rodeado de bilis precipitada, aspecto característico para el medio de cultivo empleado (Violeta, Rojo y Bilis Agar). Se procedió al conteo de colonias y posteriormente se calculó el valor de recuento total. Se seleccionaron las placas con recuento entre 15 y 300 colonias, se multiplicó el número promedio de colonias contadas en las placas por el factor de dilución correspondiente y se reportó como "UFC /g de muestra".

Recuento de Mohos y Levaduras (ISO 7954, 1988)

Se vertió 1 ml de cada dilución por duplicado en placas de Petri y se agregó de 15 - 20ml de Agar OGYE fundido y mantenido a aproximadamente $45\text{-}50^\circ\text{C}$ (se añadió 10ml de solución de oxitetraciclina al 0,1% por 100ml de medio base). Se mezcló mediante agitación manual suave (movimientos circulares) para lograr una distribución homogénea, durante un lapso igual o superior a un minuto, evitando mojar los bordes de la placa; se dejó enfriar sobre una superficie plana y horizontal. Siguiendo las mismas indicaciones, se procedió a sembrar tres diluciones sucesivas.

Una vez solidificado el agar, se invirtieron las placas de Petri e incubaron a $22 \pm 25^{\circ}\text{C}$ durante 5 días. Para el reconocimiento de las colonias de mohos se tuvo en consideración su aspecto filamentoso y para las colonias de levaduras su aspecto mucoso, ambos aspectos característicos para el medio de cultivo empleado (OGYE). Se procedió al conteo de las colonias y posteriormente se calculó el valor de recuento total. Se seleccionaron las placas con recuento entre 15 y 300 colonias, se multiplicó el número promedio de colonias contadas en las placas por el factor de dilución correspondiente y se reportó como "UFC /g de muestra".

4.5. Procedimientos de recolección de datos

Para la recolección de los datos de la presente investigación se procedió a obtener el producto final (Extracto tánico en polvo). En primer lugar, se obtuvo la harina de tara, el extracto tánico concentrado encapsulado y finalmente el producto final a través del secado por atomización, tal como se observa en el Anexo 1.

4.5.1. Obtención de la Harina de Tara

Para la obtención de la harina de tara se tuvo como referencia al autor Bravo (2010).

a. Recepción de Materia Prima

Se recepcionó los frutos de tara en sacos de fibra plástica, y luego se almacenaron en un lugar fresco y seco sin mayor variación de temperatura, hasta su uso.

b. Selección y Pesado

La tara fue seleccionada mediante inspección visual, identificándose y separándose aquellos que presentaban daños microbiológicos (presencia de hongos). Luego se realizó el pesado de la tara haciendo uso de una balanza de plataforma (Mettler Toledo-TrimWeigh III) a fin de determinarse la cantidad de materia prima requerida para la obtención de harina de tara.

Se realizó la caracterización física de la tara determinando su peso, largo, espesor y color para lo cual se tomaron 10 unidades de muestra por triplicado, se pesaron empleándose como instrumentos de medición una balanza analítica (AND GR-200) y un calibrador de Vernier.

Figura 4.1. Características de la materia prima



Fuente: Elaboración Propia

c. Lavado y Desinfección

El lavado se realizó manualmente con el propósito de eliminar las impurezas tales como piedras, tierras o astillas, con agua potable a temperatura ambiente, en la relación de agua y tara de 5:1. La desinfección se realizó en una solución de hipoclorito de sodio a la concentración de 200ppm por 8 minutos en la relación de solución desinfectante y tara de 5:1, posteriormente se realizó el enjuague con el propósito de eliminar los residuos de desinfectante en la relación de agua potable y tara de 5:1.

d. Secado de la tara

El secado de los frutos de tara se realizó en una estufa de bandejas a $55 \pm 1^\circ\text{C}$ por 20 horas, hasta alcanzar una humedad de 3 a 5%. El secado facilitó la separación manual de vainas y semillas, asimismo la posterior operación de molienda.

e. Desvainado

En esta etapa se procedió a separar manualmente las semillas de las vainas de tara.

f. Molienda

La molienda se realizó en un molino de martillo de escala piloto con una malla de 1mm de diámetro con la finalidad de obtener una harina de partículas finas que facilite el proceso de extracción de taninos.

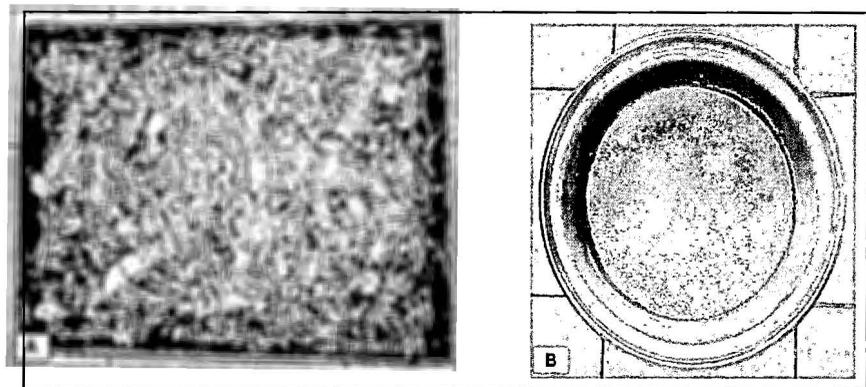
g. Envasado y Almacenamiento

La harina de tara se envasó en bolsas de polietileno de alta densidad y se almacenaron bajo oscuridad a temperatura

ambiente. En la Figura 26 se aprecia las vainas de tara después del secado en una estufa de bandejas (A) y la harina de tara después de la molienda (B).

En la Figura 4.3 se muestra el flujo del proceso de elaboración de harina de Tara.

Figura 4.2. Harina de Vaina de Tara



Fuente: Elaboración Propia

Se caracterizó fisicoquímicamente la harina de tara con la finalidad de conocer la materia prima de investigación. Los resultados obtenidos fueron comparados con los reportados por el autor De la Cruz (2004).

Figura 4.3. Flujo de proceso para la obtención de Harina de Tara



4.5.2. Obtención del Extracto Tánico Concentrado Encapsulado

La obtención del extracto tánico concentrado a partir de la harina de tara se realizó de acuerdo al flujo de proceso detallado en la Figura 30, el cual se describe a continuación:

a. Extracción

El proceso de extracción de taninos a partir de la harina de tara se realizó en base al criterio de obtener el máximo contenido de taninos recuperados, para lo cual se tomó como referencia las variables y parámetros óptimos de extracción de taninos a partir de tara, reportados por autores como Cacho (1974), Bravo (2010), Tovar, N. (1992) y Condori, A (2008), los mismo que se detallan a continuación:

- Solvente: Agua
- Tamaño de Partícula: Menor o igual a 1mm
- Temperatura: 60°C
- Tiempo: 1h
- Número de lavados: 3

- Relación materia prima/solvente: 1/10 (primer, segundo y tercer lavado)
- Agitación: Cada 15 minutos

b. Primer Filtrado

Al realizarse cada lavado durante la extracción, la separación de los residuos de mayor tamaño (torta de tara) del extracto tánico obtenido se realizaba empleándose un filtro de malla de 0,8mm.

c. Decantación

Una vez obtenido el extracto tánico en la etapa anterior, se procedió a la separación de partículas insolubles presentes en el extracto por sedimentación, para lo cual se emplearon tubos de decantación de 2 litros de capacidad, llevándose a cabo esta etapa por 48 horas a temperatura ambiente.

d. Segundo Filtrado

El extracto líquido obtenido después de la decantación fue sometido a un segundo filtrado, con la finalidad de separar

aquellas partículas insolubles que aún hayan quedado suspendidas, para lo cual se empleó papel filtro "Whatman" de grado 40 con 8µm de porosidad, obteniéndose finalmente el extracto tánico purificado.

En esta etapa se realizó el cálculo del rendimiento porcentual de extracto tánico de tara obtenido al finalizar cada extracción (lavado), mediante la siguiente relación:

$$\text{Rendimiento (\%)} = \left(\frac{\text{ES}}{\text{HT}} \right) 100 \quad (18)$$

Donde:

ES: Peso de Extracto seco obtenido del proceso de extracción según número de extracción (g)

HT: Peso de Harina de Tara empleada para la extracción (g)

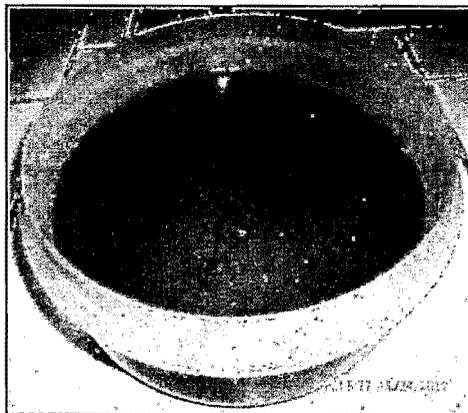
e. Concentrado

El concentrado se realizó con el objetivo de aumentar el contenido de sólidos del extracto, el cual permitió facilitar el proceso de secado por atomización. Se llevó a cabo en un equipo evaporador al vacío (Rota evaporador) a 70°C, presión

a vacío de -1050 mBar por un tiempo de 90 minutos, hasta alcanzar un contenido de sólidos solubles de $17 \pm 1^\circ\text{Brix}$.

En la Figura 4.4 se aprecia el extracto tánico concentrado, el cual fue caracterizado fisicoquímicamente.

Figura 4.4. Extracto Tánico Concentrado



Fuente: Elaboración Propia

f. Encapsulación

En esta etapa se realizó la adición del agente encapsulante, Maltodextrina DE 10, al extracto tánico concentrado, bajo agitación magnética vigorosa y constante por 15 minutos hasta obtener una mezcla totalmente homogénea.

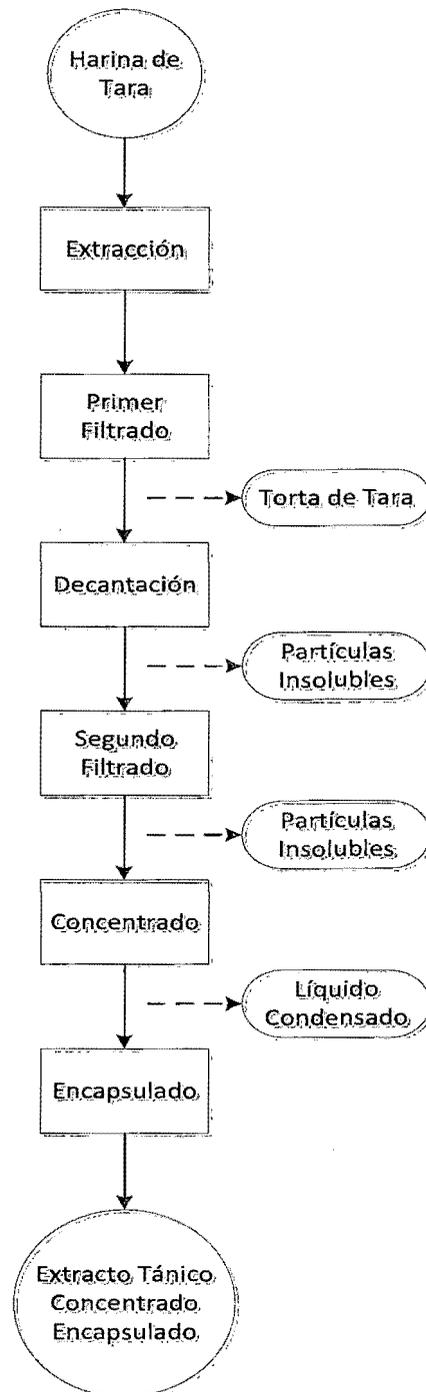
Las concentraciones de encapsulante adicionado dependieron de los tratamientos correspondientes a los diseños experimentales planteados en cada etapa del estudio.

Figura 4.5. Adición del agente encapsulante



Fuente: Elaboración Propia

Figura 4.6. Flujo de proceso para la obtención del extracto tánico concentrado encapsulado

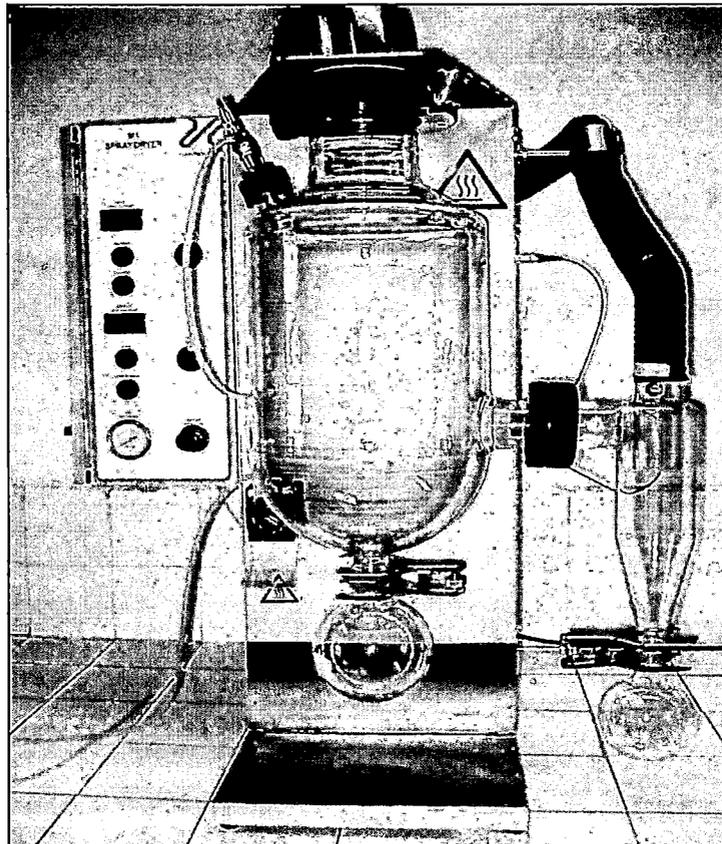


4.5.3. Secado por atomización

Para obtener el Producto final, es decir el extracto tánico en polvo, se utilizó el secador por atomización escala piloto modelo M1 Spray Drier Labtex de tipo co-corriente con sistema de alimentación por boquillas (Figura 4.7), el cual presenta los datos técnicos indicados en el Anexo 3.

Figura 4.7. Secador por atomización escala piloto M1 Spray Drier

Labtex



Fuente: Elaboración Propia

Se realizó el acondicionamiento del equipo atomizador alimentándose con agua destilada durante 15 minutos antes de darse inicio al proceso de secado, con la finalidad de estabilizar el equipo a las condiciones programadas según los tratamientos correspondientes a cada diseño experimental.

En todos los tratamientos realizados en la presente investigación se mantuvo constante la presión de aire comprimida del equipo atomizador a 1,3Bar y la temperatura de la muestra alimentada al equipo a $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

La recolección de datos de las variables de respuesta en estudio se realizó una vez obtenido las muestras (extracto de polvo en polvo) según el tratamiento del diseño experimental, realizándose los siguientes análisis:

a. Rendimiento del producto final

El rendimiento del producto final se determinó calculándose el porcentaje recuperado de sólidos totales del extracto tánico concentrado al ser sometido al proceso de secado por atomización, para lo cual se hizo uso de la siguiente relación (León et al., 2010):

$$\text{Rendimiento (\%)} = \frac{W_{\text{ETA}}(100 - \text{Hbh}_{\text{ETA}})}{W_{\text{ETC}}(100 - \text{Hbh}_{\text{ETC}})} 100 \quad (19)$$

Donde:

W_{ETA} : Peso del Extracto Tánico Atomizado obtenido

Hbh_{ETA} : Humedad en base húmeda del Extracto Tánico Atomizado

W_{ETC} : Peso del Extracto Tánico Concentrado alimentado

Hbh_{ETC} : Humedad en base húmeda del Extracto Tánico Concentrado alimentado

b. Degradación térmica de taninos

La degradación térmica de taninos se determinó calculándose el porcentaje de pérdida del contenido de taninos en el extracto tánico concentrado al ser sometido al proceso de secado por atomización, para lo cual se hizo uso de la siguiente relación:

$$\text{Degradación (\%)} = \left(\frac{\text{CTT}_{\text{ETC}} - \text{CTT}_{\text{ETA}}}{\text{CTT}_{\text{ETC}}} \right) 100 \quad (20)$$

Donde:

CTT_{ETC} : Concentración de Taninos Totales (CTT) en el Extracto Tánico Concentrado (ETC) alimentado, (mg Ácido Tanico/g muestra bs).

CTT_{ETA} : Concentración de Taninos Totales (CTT) en el Extracto Tánico Atomizado (ETA) obtenido, (mg Ácido Tanico/g muestra bs.)

4.6. Procesamiento estadístico y análisis de datos

4.6.1. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria

En esta primera etapa se observaron los resultados del comportamiento del proceso de secado sobre de las variables de respuesta en estudio, Rendimiento del producto final y la Degradación térmica de taninos, a través de las cuatro (4) tratamientos llevados a cabo por triplicado para determinar la variable de respuesta prioritaria se realizó una comparación simple de los resultados de cada variable de respuesta.

4.6.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos

Los resultados de los tratamientos del Arreglo Ortogonal $L_{27}(3^4)$ para el Rendimiento del producto final se procesaron estadísticamente bajo la condición "Mayor es Mejor" (mientras mayor es el rendimiento es mejor) del Método de Taguchi empleando el software estadístico Minitab16.

Los resultados proporcionaron los valores Promedios y los valores de la Relación S/R, calculando la variabilidad del proceso para este último bajo la siguiente ecuación:

$$\frac{S}{R} = -10 \log \sum_i^n \frac{1}{y_i^2} \quad (21)$$

A través del software se obtuvo el análisis de varianza (ANOVA) que identificó los efectos significativos de los factores en estudio con un nivel de significancia de 95% ($p < 0,05$), así como también los gráficos y cuadros donde se obtuvieron los efectos para los Promedios y la Relación S/R de cada factor. La elección de los factores significativos se seleccionaron comparando sus valores “p” con el nivel crítico o p-valor (0,05), siendo significativos aquellos factores que presentaron un valor $p < 0,05$. Asimismo, los niveles de los factores significativos elegidos fueron aquellos que proporcionaron los máximos valores del rendimiento del producto final.

4.6.3. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados

Los resultados de los tratamientos correspondientes a cada variable de respuesta en estudio, Rendimiento del producto final y Degradación térmica de taninos, que se obtuvieron a través del

Diseño Central Compuesto Rotable (DCCR) de la Metodología de Superficie de Respuesta, se procesaron empleando el software estadístico *Design Expert 9.0*.

Como resultado del procesamiento estadístico de los datos se obtuvo, el análisis de varianza (ANOVA) en el cual se identificó el efecto de la "Falta de Ajuste" de los modelos matemáticos ajustados a través del p-valor y los efectos de los factores con un nivel de significancia del 95%. El procesamiento estadístico permitió también obtener los valores de los coeficientes de los modelos matemáticos y R-cuadrado ajustado correspondientes a cada variable respuesta, obteniéndose la regresión matemática de cada modelo.

4.6.4. Etapa IV: Determinación de la condición óptima

Para determinar la condición óptima, primero se procedió a convertir cada variable de respuesta ajustada (\hat{y}_i) en una Función de Deseabilidad Individual (d_i) que varía en un rango de cero a uno [0,1]. Luego se determinó la Función de Deseabilidad Global, empleándose el programa estadístico *Design Expert 9.0*, bajo las siguientes condiciones: maximizar el Rendimiento del producto final con un objetivo de $T = 60\%$ con $L = 55\%$ como límite inferior y $r = 1$ como peso de Deseabilidad Individual, minimizar la Degradación

térmica de taninos con un objetivo de $T = 5\%$ con $U = 20\%$ como límite superior y $r = 1$ como peso para la Deseabilidad Individual. Estos parámetros fueron reemplazados en las Ecuaciones 22 y 23.

$$d_1 = \begin{cases} 0 & y < L \\ \left(\frac{y_1-L}{T-L}\right)^r & L \leq y \leq T \\ 1 & y > T \end{cases} \quad (22)$$

$$d_2 = \begin{cases} 1 & y < T \\ \left(\frac{U-y_2}{U-T}\right)^r & T \leq y \leq U \\ 0 & y > U \end{cases} \quad (23)$$

Donde:

d_1 : Función Deseable que maximiza el Rendimiento del producto final.

d_2 : Función Deseable que minimiza la Degradación térmica de Taninos.

y_1 : Rendimiento del producto final

y_2 : Degradación térmica de Taninos

T : Objetivo experimental

L : Límite inferior al objetivo experimental

U : Límite superior al objetivo experimental

r : Ponderación para la función de deseabilidad ($r = 1$)

Las funciones de deseabilidad individual fueron ponderadas para obtenerse la Función de Deseabilidad Global (D) a través del programa estadístico *Design Expert 9.0*, que determinó la condición óptima del proceso según la Ecuación 24.

$$D = (d_1 \cdot d_2)^{1/2} \quad (24)$$

Si bien, es común encontrar más de una solución en estos tipos de análisis de optimización, en la presente investigación se procedió a seleccionar aquella solución que proporcionó el valor máximo de Deseabilidad Global.

Validación de la condición óptima estimada

Una vez hallado la condición óptima estimada (valor estimado), se procedió a validarlo con el promedio del valor observado, el cual fue hallado con pruebas experimentales adicionales, donde estas fueron procesadas a la condición óptima determinada. Para determinar si había una igualdad de los promedios del valor estimado y el valor observado, estas se sometieron a la Prueba t para la media de una población con un nivel de significancia del 0,05.

Para determinar el promedio valor observado se prepararon tres (3) muestras de 500ml de extracto tánico concentrado siguiendo el diagrama de flujo diseñado para la presente investigación (Ver Anexo 1). Seguidamente, para dar inicio al proceso de secado por atomización se fijaron los factores del proceso a los niveles donde se determinó la condición óptima estimada. Con las tres muestras experimentales (réplicas) se determinó el promedio del valor observado para el Rendimiento del producto final y para la Degradación térmica de taninos.

Se estableció como media poblacional el valor estimado (μ_0), mientras que el valor de prueba fue el promedio del valor observado (y_i) para cada variable de respuesta. Las pruebas se establecieron como:

Rendimiento del producto final:

$$H_0: \mu_0 = \hat{y}_1, H_a: \mu_0 \neq \hat{y}_1, \alpha = 0,05$$

Degradación térmica de taninos:

$$H_0: \mu_0 = \hat{y}_2, H_a: \mu_0 \neq \hat{y}_2, \alpha = 0,05$$

Finalmente se realizó la caracterización fisicoquímica y microbiológica del producto final (extracto tánico en polvo) obtenido bajo la condición óptima, según las normas ya establecidas.

CAPITULO V

RESULTADOS

5.1. Caracterización Física de las Vainas de Tara

De la Tabla 5.1 se observa que los valores son congruentes con los valores obtenidos del análisis físico realizado a vainas de Tara reportados por De la Cruz (2004).

Tabla 5.1. Análisis Físico de la Vainas de Tara

Parámetros	Promedio	Desviación Estándar
Peso (g)	3,48	0,5
Largo (cm)	8,36	0,6
Diámetro (cm)	2,08	0,2
Espesor (cm)	0,68	0,1
Color	Naranja Rojizo	

Elaboración Propia

5.2. Caracterización Fisicoquímica de la Harina de Tara

De la Tabla 5.2 se observa que la humedad resultó ser relativamente baja (4,07%), esto es debido a que las vainas de

Tara fueron sometidas a un proceso de secado con estufa de bandejas, previo a la etapa de molienda.

Tabla 5.2. Análisis Fisicoquímico de la Harina de Tara

Parámetros	Promedio (*)	Desviación Estándar
Humedad (%)	4,07	0,30
Cenizas (%)	3,58	0,05
Proteínas (%)	1,95	0,20
No Taninos (%)	6,50	0,50
Polifenoles Totales (%)	57,80	2,10
Taninos Totales (%)	54,30	2,30
Color	Crema Claro	

Elaboración propia

5.3. Rendimiento porcentual del extracto tánico de tara según el número de extracciones

En la Tabla 5.3 se muestran los rendimientos porcentuales promedio obtenidos durante los tres lavados realizados en el proceso de extracción de taninos de la Harina de Tara.

El rendimiento promedio obtenido de los tres lavados realizados en el proceso de extracción ascendió a alrededor del 75%.

Tabla 5.3. Rendimientos de extracción del extracto tánico de tara

Número de Extracción	Promedio (%)	Desviación
1era Extracción	60,21	0,11
2da Extracción	10,81	0,08
3era Extracción	3,25	0,07

Elaboración Propia

En el Anexo 9, se observan las tres extracciones realizadas, asimismo se aprecia la diferencia de concentraciones entre ellas.

5.4. Caracterización Fisicoquímica del extracto tánico concentrado

En la Tabla 5.4 se muestran los resultados de las características del extracto concentrado como componente de entrada al proceso de secado por atomización.

Tabla 5.4. Análisis Fisicoquímico del Extracto Tánico Concentrado

Parámetros	Promedio	Desviación Estándar
Sólidos Solubles Totales (°Brix) (a 25°C)	17,2	0,20
pH (a 25°C)	3,57	0,03
Densidad (g/cm ³) (a 27°C)	1,05	0,004
Viscosidad (cP) (a 27°C)	5,25	0,20

Elaboración Propia

5.5. Medición de la Concentración de Polifenoles y Taninos Totales

5.5.1. Determinación de la Curva Espectral

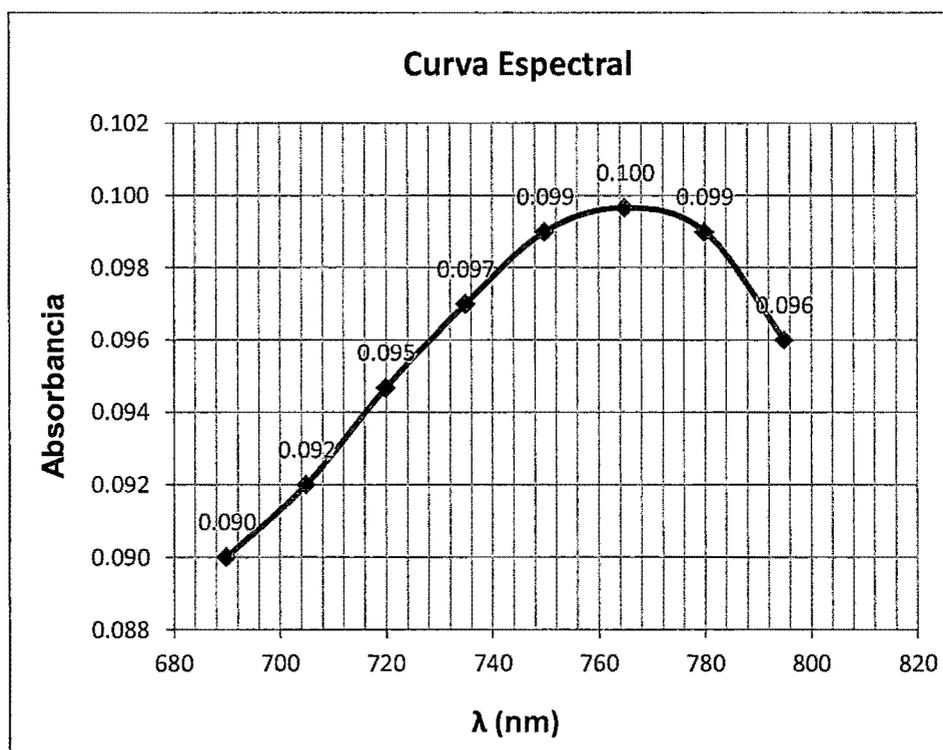
En la Tabla 5.5, se observa las lecturas promedio de absorción para la construcción de la curva espectral. Asimismo, en el Gráfico 5.1 se observa la longitud de onda máxima de absorción, siendo este de 765nm. En el Anexo 10 se detallan las réplicas que se llevaron a cabo para determinar la longitud de onda máxima.

Tabla 5.5. Longitud de onda vs Absorbancia

Longitud de Onda (nm)	Absorbancia
690	0,090
705	0,092
720	0,095
735	0,097
750	0,099
765	0,100
780	0,099
795	0,096

Elaboración Propia

Gráfico 5.1. Curva Espectral de Polifenoles Totales



5.5.2. Determinación de la Curva de Calibración

a. Curva de Calibración para Polifenoles Totales

De la Tabla 5.6 se muestran los resultados de las lecturas de las absorbancias para la construcción de la curva de calibración de los polifenoles totales. En el Anexo 12 se observan las réplicas realizadas.

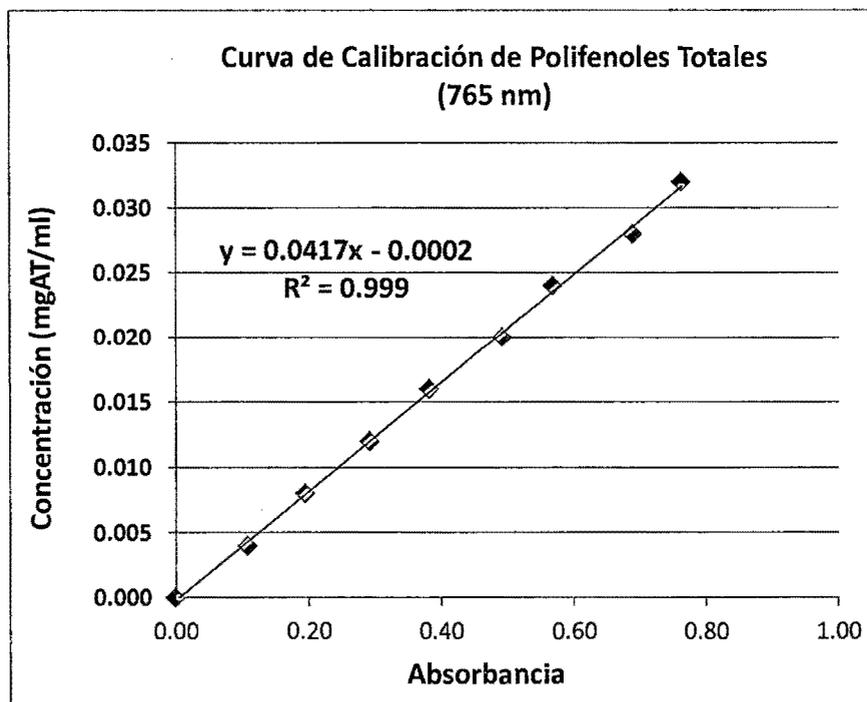
Tabla 5.6. Concentración vs Absorbancia para Polifenoles Totales

Tratamiento	Concentración (mg AT/ml)	Absorbancia
Blanco	0,000	0,000
Tx1	0,004	0,108
Tx2	0,008	0,195
Tx3	0,012	0,293
Tx4	0,016	0,383
Tx5	0,020	0,493
Tx6	0,024	0,570
Tx7	0,028	0,690
Tx8	0,032	0,764

Elaboración Propia

En el Gráfico 5.2 se observa que la ecuación obtenida de la curva de calibración de polifenoles totales presentó un buen ajuste, esto se puede verificar con el coeficiente de regresión ($R^2 = 0,999$).

Gráfico 5.2. Curva de Calibración para Polifenoles Totales



b. Curva de Calibración para Polifenoles Residuales

De la Tabla 5.7 se muestran los resultados de las lecturas de las absorbancias para la construcción de la curva de calibración de los polifenoles residuales. En el Anexo 13 se observan las réplicas realizadas.

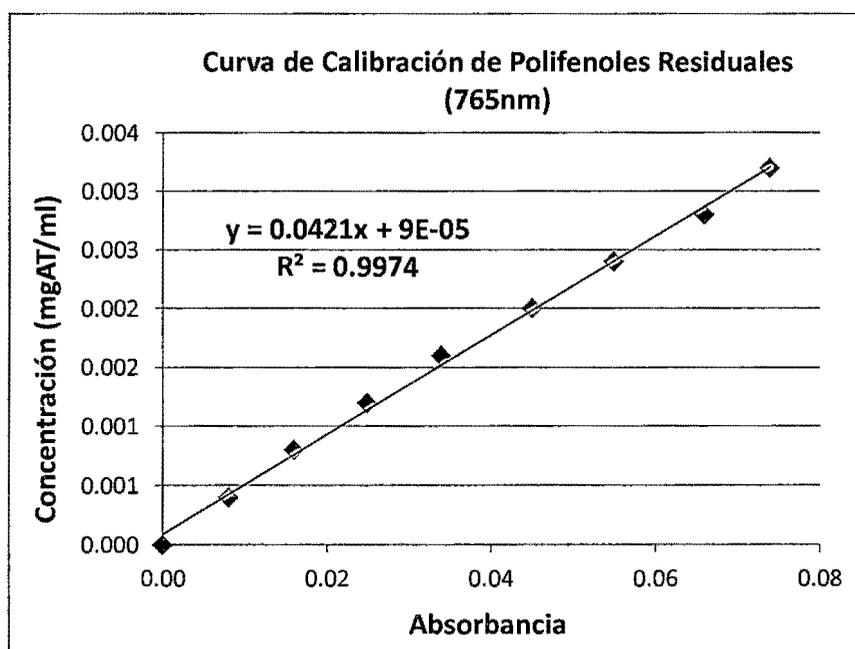
Del Gráfico 5.3 se observa que la ecuación obtenida de la curva de calibración de polifenoles residuales presentó un buen ajuste, esto se puede verificar con el coeficiente de regresión ($R^2 = 0,997$).

Tabla 5.7. Concentración vs Absorbancia para Polifenoles Residuales

Tratamiento	Concentración (mg AT/ml)	Absorbancia
Blanco	0,0000	0,000
Tx1	0,0004	0,008
Tx2	0,0008	0,016
Tx3	0,0012	0,025
Tx4	0,0016	0,034
Tx5	0,0020	0,045
Tx6	0,0024	0,055
Tx7	0,0028	0,066
Tx8	0,0032	0,074

Elaboración Propia

Gráfico 5.3. Curva de calibración para Polifenoles Residuales



5.6. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria

Los resultados de las pruebas preliminares del rendimiento del producto final (y_1) y de la degradación térmica de taninos (y_2) se muestran en la Tabla 5.8. Se observó que durante el proceso de secado por atomización a temperaturas menores a 120°C el extracto tánico concentrado pulverizado no se secó completamente causando que las gotas producidas se adhieren en las paredes de la cámara principal del equipo atomizador, impidiendo la recuperación del producto final (extracto tánico en polvo), tal como se puede observar en las imágenes mostradas en el Anexo 14.

Con temperaturas de aire de secado entre 140°C y 160°C, se observó una recuperación del extracto tánico en polvo con rendimientos entre 4,76% a 6,85% y una degradación entre 15,05% a 17,23%. A pesar de la recuperación del producto seco, aún se observaban problemas de aglomeración entre los polvos durante el secado (adhesión) y acumulación de los polvos en la pared del contenedor principal del equipo atomizador (cohesión). Estas causas eran las que producían los bajos rendimientos del producto final durante el proceso de secado.

Debido a los bajos rendimientos obtenidos durante las pruebas preliminares, se decidió mejorar el "Rendimiento del Producto Final", como punto de partida para la optimización del proceso de secado por atomización del extracto tánico obtenido de las vainas de tara (*Caesalpinia spinosa*).

Tabla 5.8. Resultados preliminares del proceso

Tratamiento	F1	F2	F3	F4	y ₁				y ₂			
					1°R	2°R	3°R	\bar{X}	1°R	2°R	3°R	\bar{X}
1	100	6	1	0	--	--	--	--		--	--	--
2	120	6	1	0	--	--	--	--	--	--	--	--
3	140	6	1	0	4,83	4,81	4,63	4,76	14,03	16,06	15,07	15,05
4	160	6	1	0	7,23	7,38	5,93	6,85	17,15	18,23	16,32	17,23

(--) No se obtuvo muestra durante el proceso de secado.

5.7. Etapa II: Determinación de los factores significativos

En el Anexo 15 se observan los resultados de la caracterización fisicoquímica de los tratamientos según el arreglo ortogonal diseñado en esta etapa.

De la Tabla 5.9 se observan los resultados de los promedios del rendimiento del producto final y de la relación S/R del proceso de secado obtenidos según el arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del Método de Taguchi. En el Anexo 16 se observan los resultados de las réplicas llevados a cabo en esta etapa de estudio.

Del Tabla 5.10 se muestran los efectos de los factores, donde los efectos más altos se observaron en los factores F2 y F3 con valores de 44,27% y 29,84% respectivamente. El rendimiento promedio es más alto cuando el nivel del factor F2 es igual a 3 que cuando el nivel es igual a 1 (4,99% < 39,67%). Para el factor F3 el rendimiento promedio es más alto cuando el nivel es igual a 1 que cuando el nivel es igual a 3 (34,65% > 12,20%).

Tabla 5.9. Resultados de los rendimientos del producto final según el arreglo ortogonal $L_{27}(3^4)$ del método de Taguchi

Tratamiento	Factores				Rendimiento %		
	F1	F2	F3	F4	Media	Desviación Estándar	Relación S/R
1	1	1	1	1	4,69	0,50	13,42
2	1	1	2	2	5,58	0,83	14,93
3	1	1	3	3	2,80	0,53	8,94
4	1	2	1	2	48,63	1,08	33,74
5	1	2	2	3	56,76	0,77	35,08
6	1	2	3	1	9,44	0,63	19,50
7	1	3	1	3	55,15	0,94	34,83
8	1	3	2	1	33,54	0,96	30,51
9	1	3	3	2	26,89	1,07	28,59
10	2	1	1	2	8,01	0,90	19,75
11	2	1	2	3	9,72	0,75	18,07
12	2	1	3	1	2,51	0,60	7,99
13	2	2	1	3	49,44	0,98	33,88
14	2	2	2	1	35,98	0,66	31,12
15	2	2	3	2	23,88	0,90	27,56
16	2	3	1	1	46,99	0,95	33,44
17	2	3	2	2	55,45	0,72	34,88
18	2	3	3	3	21,38	1,09	26,60
19	3	1	1	3	5,75	0,91	15,19
20	3	1	2	1	3,25	0,60	10,24
21	3	1	3	2	2,58	0,76	8,23
22	3	2	1	1	45,13	1,05	33,09
23	3	2	2	2	53,56	1,08	34,58
24	3	2	3	3	7,52	0,75	17,52
25	3	3	1	2	48,03	0,73	33,63
26	3	3	2	3	56,81	0,58	35,09
27	3	3	3	1	12,82	1,01	22,16
Promedio Total					21,86	0,83	24,54

Del Tabla 5.11 se muestran los efectos de los factores sobre la variabilidad del proceso de secado, relación S/R, donde los efectos más altos se observaron en los factores F2 y F3 con valores de 23,13 y 11,95 respectivamente. La relación S/R promedio es más alto cuando el nivel del factor F2 es igual a 2 que cuando el nivel es igual a 1 (31,08 > 12,98). Para el factor F3 la relación S/R promedio es más alto cuando el nivel es igual a 1 que cuando el nivel es igual a 3 (27,89 > 18,57).

Los efectos principales de los factores sobre la promedio y la relación S/R del rendimiento del producto final se muestran en el Gráfico 5.4 y Gráfico 5.5, respectivamente. Se observa que cuando el factor F1 pasa del nivel 1 al 3 el rendimiento es casi constante. Del F2 se puede observar que el rendimiento se incrementa significativamente cuando el nivel pasa de 1 al nivel 2 y un leve incremento cuando pasa del nivel 2 al 3. Para el factor F3 se puede observar que con sus niveles menores (1 y 2) se obtienen rendimientos mayores que si se usa el nivel 3. Mientras que el factor F4 tiene un leve incremento del rendimiento cuando pasa del nivel 1 al nivel 2, manteniendo el rendimiento casi constante cuando pasa al nivel 3. Los mismos efectos de los factores principales y sus niveles los tuvieron sobre la variabilidad del proceso o relación S/R.

Tabla 5.10. Efecto de los factores principales sobre la Media del rendimiento del producto final

Factor	F1			F2			F3			F4		
Nivel	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
	4,69	8,01	5,75	4,69	48,63	55,15	4,69	5,58	2,80	4,69	5,58	2,80
	5,58	9,72	3,25	5,58	56,76	33,54	48,63	56,76	9,44	9,44	48,63	56,76
	2,80	2,51	2,58	2,80	9,44	26,89	55,15	33,54	26,89	33,54	26,89	55,15
	48,63	49,44	45,13	8,01	49,44	46,99	8,01	9,72	2,51	2,51	8,01	9,72
Media	56,76	35,98	53,56	9,72	35,98	55,45	49,44	35,98	23,88	35,98	23,88	49,44
	9,44	23,88	7,52	2,51	23,88	21,38	46,99	55,45	21,38	46,99	55,45	21,38
	55,15	46,99	48,03	5,75	45,13	48,03	5,75	3,25	2,58	3,25	2,58	5,75
	33,54	55,45	56,81	3,25	53,56	56,81	45,13	53,56	7,52	45,13	53,56	7,52
	26,89	21,38	12,82	2,58	7,52	12,82	48,03	56,81	12,82	12,82	48,03	56,81
Promedio %	27,05	28,15	26,16	4,99	36,70	39,67	34,65	34,52	12,20	21,59	30,29	29,48
Promedio Total %	27,12											
Efecto	-0,07	1,03	-0,96	-22,13	9,58	12,55	7,52	7,39	-14,92	-5,53	3,17	2,36
		2,06			44,27			29,84			11,05	

Elaboración Propia

Tabla 5.11. Efecto de los factores principales sobre la relación S/R del rendimiento del producto final

Factor	F1			F2			F3			F4			
	Nivel	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
S/R		13,42	19,75	15,19	13,42	33,74	34,83	13,42	14,93	8,94	13,42	14,93	8,94
		14,93	18,07	10,24	14,93	35,08	30,51	33,74	35,08	19,50	19,50	33,74	35,08
		8,94	7,99	8,23	8,94	19,50	28,59	34,83	30,51	28,59	30,51	28,59	34,83
		33,74	33,88	33,09	19,75	33,88	33,44	19,75	18,07	7,99	7,99	19,75	18,07
		35,08	31,12	34,58	18,07	31,12	34,88	33,88	31,12	27,56	31,12	27,56	33,88
		19,50	27,56	17,52	7,99	27,56	26,60	33,44	34,88	26,60	33,44	34,88	26,60
		34,83	33,44	33,63	15,19	33,09	33,63	15,19	10,24	8,23	10,24	8,23	15,19
		30,51	34,88	35,09	10,24	34,58	35,09	33,09	34,58	17,52	33,09	34,58	17,52
		28,59	26,60	22,16	8,23	17,52	22,16	33,63	35,09	22,16	22,16	33,63	35,09
Promedio	24,39	25,92	23,30	12,98	29,56	31,08	27,89	27,17	18,57	22,39	26,21	25,02	
Promedio Total	24,54												
Efecto	-0,15	1,38	-1,24	-11,56	5,02	6,54	3,35	2,63	-5,97	-2,15	1,67	0,48	
		2,76			23,13			11,95			4,31		

Elaboración Propia

Gráfico 5.4. Efectos de los factores principales sobre el promedio del rendimiento del producto final

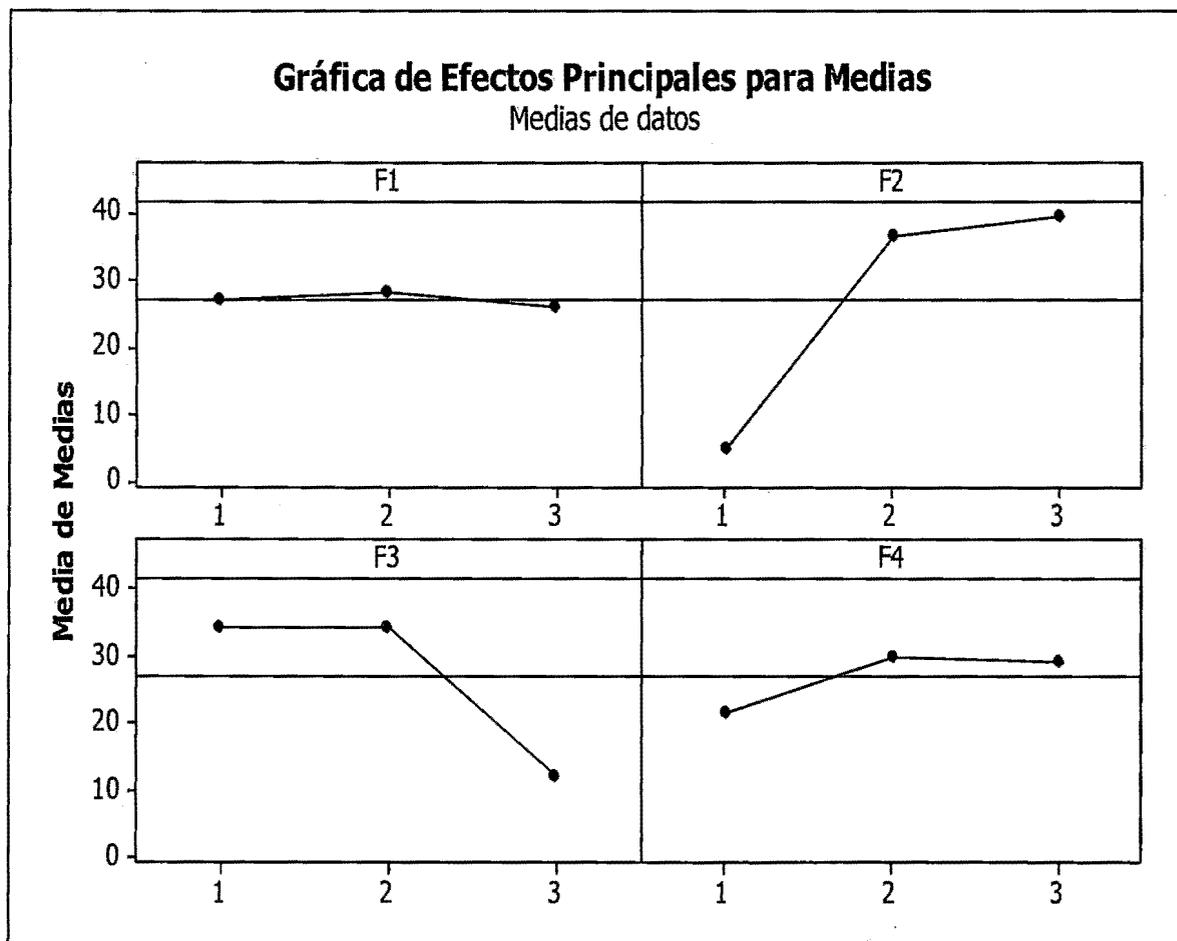


Gráfico 5.5. Efecto de los factores principales la sobre el promedio la relacion S/R

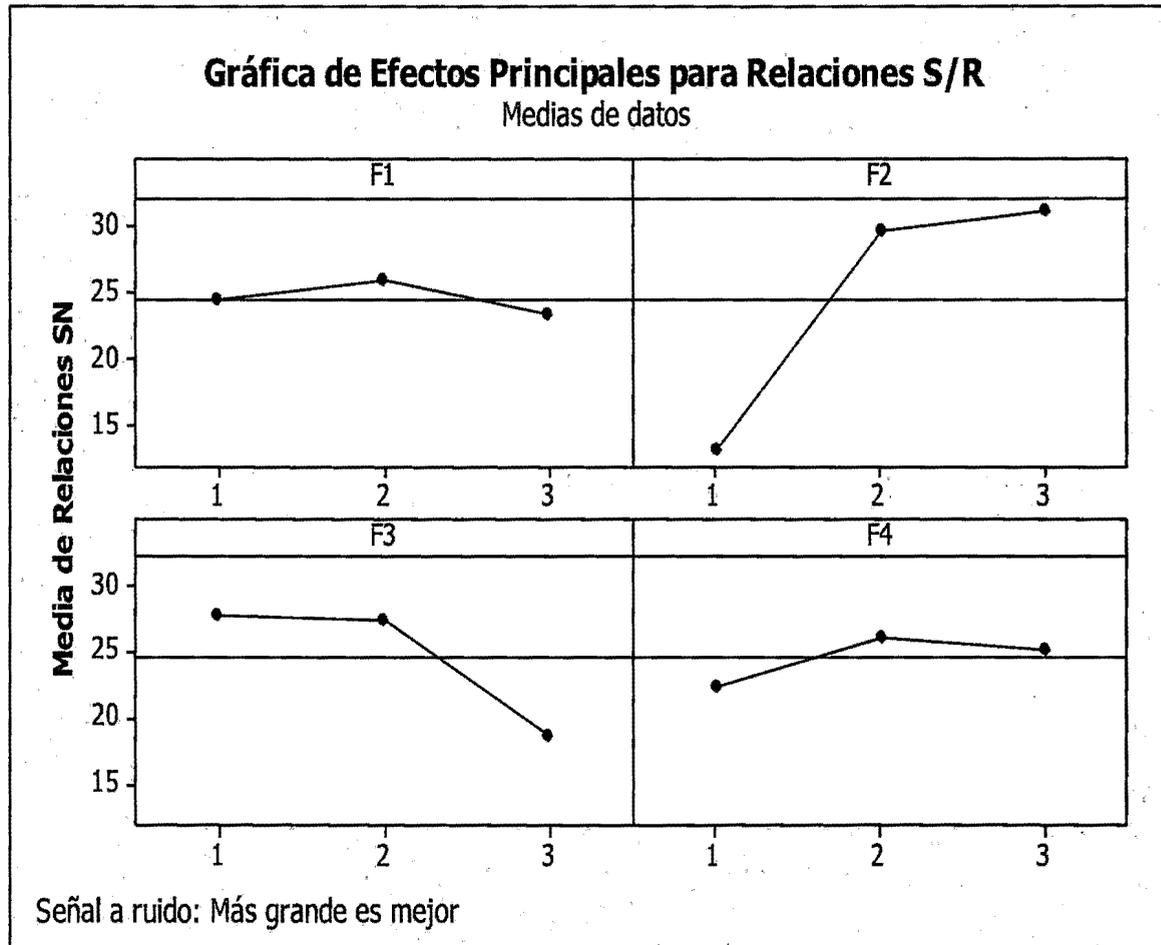
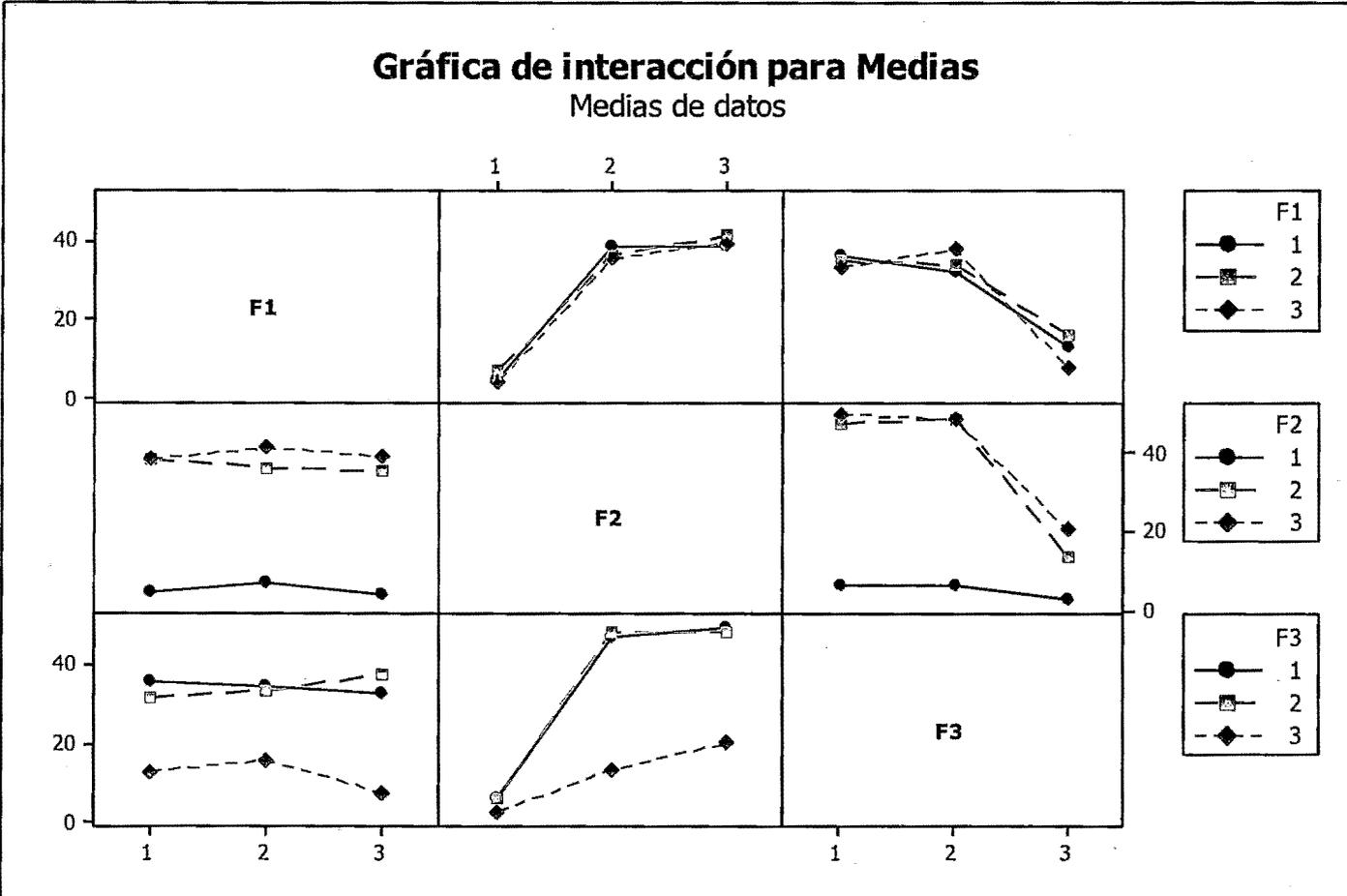


Gráfico 5.6. Efectos de interacción sobre el promedio del rendimiento del producto final



Del Gráfico 5.6, se observa que el factor de interacción F1xF2, no tienen diferencias en sus promedios de rendimiento cuando pasan de un nivel a otro, denotando que estos factores no tienen un efecto de interacción. Este mismo comportamiento se puede observar para el factor de interacción F1xF3. El factor de interacción F2xF3 muestra que sí existen diferencias entre los promedios del rendimiento. Se observó que cuando el factor F2 estaba en el nivel 3 del factor F3 el promedio de los rendimientos presentaron una menor diferencia que cuando el factor F2 estaba en el nivel 1 del factor F3. Además, hubo una menor diferencia de los promedios del rendimiento, cuando el factor F2 estaba en sus mayores niveles (2 y 3) y F3 en sus menores niveles (1 y 2), obteniéndose a estas condiciones mayores rendimientos del producto final.

El ANOVA para el promedio y la relación S/R sobre el rendimiento del producto final se observan en las Tablas 5.12 y 5.13 respectivamente. La significancia de los factores en el ANOVA fue determinada por los valores "p". De acuerdo con los resultados, F2 presentó un efecto dominante (56,92%) sobre el Promedio del rendimiento con un valor "p" igual a 0,000 resultando ser significativo, seguidamente se encuentra el factor F3, con un porcentaje de contribución del 25,72% y un valor "p" igual a 0,001 resultando ser también un factor significativo.

Tabla 5.12. Análisis de varianza para el rendimiento del producto final

FUENTE	GL	SC Sec.	SC Ajust.	CM Ajust.	F	P	Contribución (%)
F1	2	17,90	17,88	8,94	0,18	0,843	0,15
F2	2	6653,50	6653,55	3326,77	65,28	0,000	56,92
F3	2	3006,20	3006,21	1503,10	29,49	0,001	25,72
F4	2	418,80	418,82	209,41	4,11	0,075	3,58
F1xF2	4	21,40	21,36	5,34	0,10	0,977	0,18
F1xF3	4	163,50	163,51	40,88	0,80	0,566	1,40
F2xF3	4	1102,80	1102,77	275,69	5,41	0,034	9,43
Error Residual	6	305,80	305,79	50,96			2,62
Total	26	11689,90					100,00

Tabla 5.13. Análisis de varianza para la relación S/R del rendimiento del producto final

FUENTE	GL	SC Sec.	SC Ajust.	CM Ajust.	F	P	Contribución (%)
F1	2	31,15	31,15	15,576	2,63	0,151	1,25
F2	2	1815,76	1815,76	907,882	153,31	0,000	73,00
F3	2	483,98	483,98	241,992	40,86	0,000	19,46
F4	2	68,98	68,98	34,490	5,82	0,039	2,77
F1xF2	4	6,89	6,89	1,723	0,29	0,874	0,28
F1xF3	4	12,74	12,74	3,184	0,54	0,715	0,51
F2xF3	4	32,24	32,24	8,06	1,36	0,350	1,30
Error Residual	6	35,53	35,53	5,92			1,43
Total	26	2487,28					100,00

Con respecto a la relación S/R, que mide la variabilidad del proceso, se observó que el factor F2 tuvo una contribución del 73,00%, seguido del factor F3 con un porcentaje de contribución del 19,46% con valores "p" menores al 0,05, presentando éstos efectos significativos sobre la variabilidad del proceso.

Finalmente, en la Tabla 5.14 se detallan los niveles de los factores que mejoran el rendimiento del producto final, reduciendo a la vez la variabilidad del proceso. En el Anexo 17 se puede apreciar el mejoramiento del proceso de secado por atomización.

Los factores F2 y F3 por ser significativos sobre el rendimiento, se fijaron en los niveles 3 y 1 respectivamente, ya que estos garantizan la obtención de mayores rendimientos para las siguientes etapas del estudio, permitiendo en adelante el análisis de la otra variable de respuesta, Degradación térmica de taninos.

Tabla 5.14. Factores y niveles que proporcionan el mayor rendimiento del producto final

	Factores		Parámetros	Nivel Seleccionado
F1:	Temperatura de aire de secado	°C	160	2
F2:	Velocidad de aire de secado	-	10	3
F3:	Velocidad de alimentación	-	1	1
F4:	Concentración de encapsulante	% p/p	25	2

Elaboración Propia

5.8. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados

Los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica llevada a cabo a las muestras alimentadas al proceso de secado por atomización correspondiente a cada tratamiento del Diseño Central Compuesto Rotable (DCCR) de la Metodología de Superficie de Respuesta, son mostrados en el Anexo 18.

En el Anexo 19 y Anexo 20 se muestran los resultados de las dos variables de respuesta en estudio, rendimiento del producto final y la degradación térmica, respectivamente. Los promedios de las réplicas correspondientes a cada variable de respuesta se muestran en la Tabla 5.15.

Tabla 5.15. Resultados del Rendimiento del producto final y Degradación térmica de taninos según el Diseño Central

Compuesto Rotable de la Metodología de Superficie de Respuesta

N°	Bloque	A	B	Rendimiento del producto final (%)	Degradación térmica de taninos (%)
		Temperatura del aire de entrada (°C)	Concentración de encapsulante (% p/p)		
1	1	140	10	56,3	6,4
2	1	180	10	58,5	27,2
3	1	140	40	56,3	3,2
4	1	180	40	60,3	10,2
5	1	131,72	25	54,9	7,4
6	1	188,28	25	58,9	24,9
7	1	160	3,79	56,5	19,2
8	1	160	46,21	59,4	3,2
9	1	160	25	59,3	9,5
10	1	160	25	59,6	10,9
11	1	160	25	59,7	9,6
12	1	160	25	59,8	11,2
13	1	160	25	59,1	10,8
14	2	140	10	55,8	7,2
15	2	180	10	58,1	25,9
16	2	140	40	57,2	2,9

17	2	180	40	59,5	11,1
18	2	131,72	25	55,8	5,1
19	2	188,28	25	58,5	27,4
20	2	160	3,79	57,3	15,7
21	2	160	46,21	58,6	3,7
22	2	160	25	60,2	12,3
23	2	160	25	58,5	11,6
24	2	160	25	60,6	8,4
25	2	160	25	59,3	9,3
26	2	160	25	60,0	8,9
27	3	140	10	56,7	6,5
28	3	180	10	57,6	28,7
29	3	140	40	56,8	3,5
30	3	180	40	58,4	10,8
31	3	131,72	25	55,4	3,4
32	3	188,28	25	58,0	22,6
33	3	160	3,79	57,0	16,9
34	3	160	46,21	57,6	2,9
35	3	160	25	59,8	10,7
36	3	160	25	60,5	9,1
37	3	160	25	60,3	11,9
38	3	160	25	60,2	10,7
39	3	160	25	59,6	9,4

Elaboración Propia

5.8.1. Modelamiento del Rendimiento del producto final.

Los resultados obtenidos para el Rendimiento del producto final fueron procesados para determinar el modelo matemático que mejor se ajusta a esta variable de respuesta, empleando el software estadístico *Desing Expert 9.0*.

En el Tabla 5.16 se muestran los resultados del Análisis de Varianza (ANOVA) con un nivel significativo del 0,05. El ANOVA indica que los valores "p" del Modelo, de los factores A, B y los efectos cuadráticos A^2 y B^2 resultaron ser significativos ($p < 0,05$), mientras que el factor de interacción AB y la falta de ajuste del modelo no presentaron influencia significativas ($p > 0,05$). De acuerdo a los efectos cuadráticos de los factores podemos asegurar que el modelo para el rendimiento del producto final sigue un modelo matemático de segundo orden. El R-cuadrado ajustado resultó tener un valor del 87,26%. El valor del R-cuadrado ajustado explica que 87,26% de la variación del Rendimiento del producto final es debido a la influencia de los factores A, B, A^2 y B^2 .

Tabla 5.16. Análisis de Varianza para el Rendimiento del producto final

Análisis de Varianza (ANOVA)					
Fuente	Suma de Cuadrados	G.L.	Cuadrados Medios	F - Valor	p-Valor
Bloque	0,09	2	0,06	0,13	0,8810
Modelo	87,01	5	17,40	50,32	0,0001
A:Temperatura	29,38	1	29,38	84,94	0,0001
B:Encapsulante	6,39	1	6,39	18,49	0,0002
AB	0,56	1	0,56	1,63	0,2113
A ²	38,53	1	38,53	111,40	0,0001
B ²	18,19	1	18,19	52,61	0,0001
Residual	10,72	31	0,35		
Falta de Ajuste	7,27	19	0,38	1,33	0,3114
Error puro	3,45	12	0,29		
Total	97,82	38			

R² Ajustado = 87,26%

En el Tabla 5.17 se muestran los coeficientes de la ecuación del modelo matemático de segundo orden que representa al rendimiento del producto final que se obtienen durante el proceso de secado por atomización.

Tabla 5.17. Coeficiente del modelo matemático para el Rendimiento del producto final

Coeficiente del Modelo matemático	
Constante	-36,59588
A	+1,12426
B	+0,12636
AB	+0,00072
A ²	-0,00340
B ²	-0,00415

Quedando definido el modelo matemático ajustado para el rendimiento del producto final como:

$$R(\%) = -36,59 + 1,12 \cdot A + 0,13 \cdot B - 0,003 \cdot A^2 + 0,0007 \cdot A \cdot B - 0,004B^2 \quad (25)$$

Donde:

R (%): Rendimiento del producto final

A (°C): Temperatura del aire de secado

B (%): Concentración de Encapsulante

5.8.2. Modelamiento de la Degradación térmica de Taninos

Los resultados obtenidos para la Degradación térmica de taninos fueron procesados para determinar el modelo matemático que mejor se ajusta a la variable de respuesta, empleándose el software estadístico *Desing Expert 9.0*.

El Tabla 5.18 se muestran los resultados del Análisis de Varianza (ANOVA) con un nivel significativo del 0,05. El ANOVA indica que los valores "p" del Modelo, los factores A, B, AB y A^2 resultaron ser significativos ($p < 0,05$), mientras que el efecto cuadrático B^2 y la falta de ajuste del modelo no presentaron influencia significativa ($p > 0,05$). De acuerdo al efecto cuadrático de los factores podemos asegurar que el modelo para la Degradación térmica de taninos sigue un modelo matemático de segundo orden. El R-cuadrado ajustado resultó tener un valor del 97,03%. El valor del R-cuadrado ajustado explica que 97,03% de la variación de la Degradación térmica de taninos es debido a la influencia de los factores A, B, AB y A^2 .

En la Tabla 5.19 se muestra los coeficientes de la ecuación del modelo matemático de segundo orden que representa a la degradación térmica de taninos que se obtienen durante el proceso de secado por atomización.

Tabla 5.18. Análisis de Varianza para la Degradación térmica de Taninos

Análisis de Varianza (ANOVA)					
Fuente	Suma de Cuadrados	G.L.	Cuadrados Medios	F - Valor	p-Valor
Bloque	1,61	2	0,80	0,47	0,627
Modelo	2005,2	5	401,04	236,42	0,0001
A:Temperatura	1170,95	1	1170,95	690,29	0,0001
B:Encapsulante	595,98	1	595,98	351,34	0,0001
AB	128,05	1	128,05	75,49	0,0043
A ²	105,34	1	105,34	62,10	0,0001
B ²	0,73	1	0,73	0,43	0,5170
Residual	52,59	31	1,70		
Falta de Ajuste	33,04	19	1,74	1,07	0,4670
Error Puro	19,54	12	1,63		
Total	2059,39	38			

R² Ajustado = 97,03%

Tabla 5.19. Coeficiente del modelo matemático para la Degradación
térmica de taninos

Coeficiente de Regresión Múltiple	
Constante	+62,41174
A	-1,17586
B	+1,45149
AB	-0,010889
A ²	+0,005617
B ²	-0,000829

Quedando definido el modelo matemático ajustado para la Degradación térmica de taninos como:

$$D(\%) = 62,41 - 1,18 \cdot A + 1,45 \cdot B - 0,01 \cdot A \cdot B + 0,0056 \cdot A^2 - 0,0008 \cdot B^2 \quad (26)$$

Donde:

D (%): Degradación térmica de Taninos

A (°C): Temperatura del aire de secado

B (%): Concentración de Encapsulante

5.9. Etapa IV: Determinación de la condición óptima

En el Tabla 5.20 se muestran las soluciones óptimas del proceso que permiten maximizar el rendimiento del producto final (\hat{y}_1) y minimizarla degradación térmica de taninos (\hat{y}_2) a la vez.

Los valores máximos de Deseabilidad Global (D) halladas corresponden a las soluciones óptimas 1, 2 y 3. Sin embargo, de estas tres posibles respuestas, se eligió la solución 3 debido que esta presentaba una menor temperatura del aire de secado, es decir un menor gasto energético del proceso, permitiendo el ahorro de este recurso.

El Gráfico 5.7 y Gráfico 5.8 muestran la superficie de respuesta y el gráfico de contorno de la Función de Deseabilidad Global (D), respectivamente.

Tabla 5.20. Resultados de soluciones óptimas del proceso

Solución	Temperatura (°C)	Concentración (% p/p)	\hat{y}_1 (%)	\hat{y}_2 (%)	D
1	160,97	40,00	59,39	5,37	0,9254
2	161,13	40,00	59,40	5,40	0,9254
3	160,80	40,00	59,38	5,34	0,9254
4	160,59	39,99	59,37	5,30	0,9253
5	161,67	40,00	59,43	5,51	0,9251

Gráfico 5.7. Superficie de Respuesta de la Función de Deseabilidad Global (D)

Design-Expert® Software

Factor Coding: Actual

Desirability



X1 = A: Temperatura (°C)

X2 = B: Concentración (% p/p)

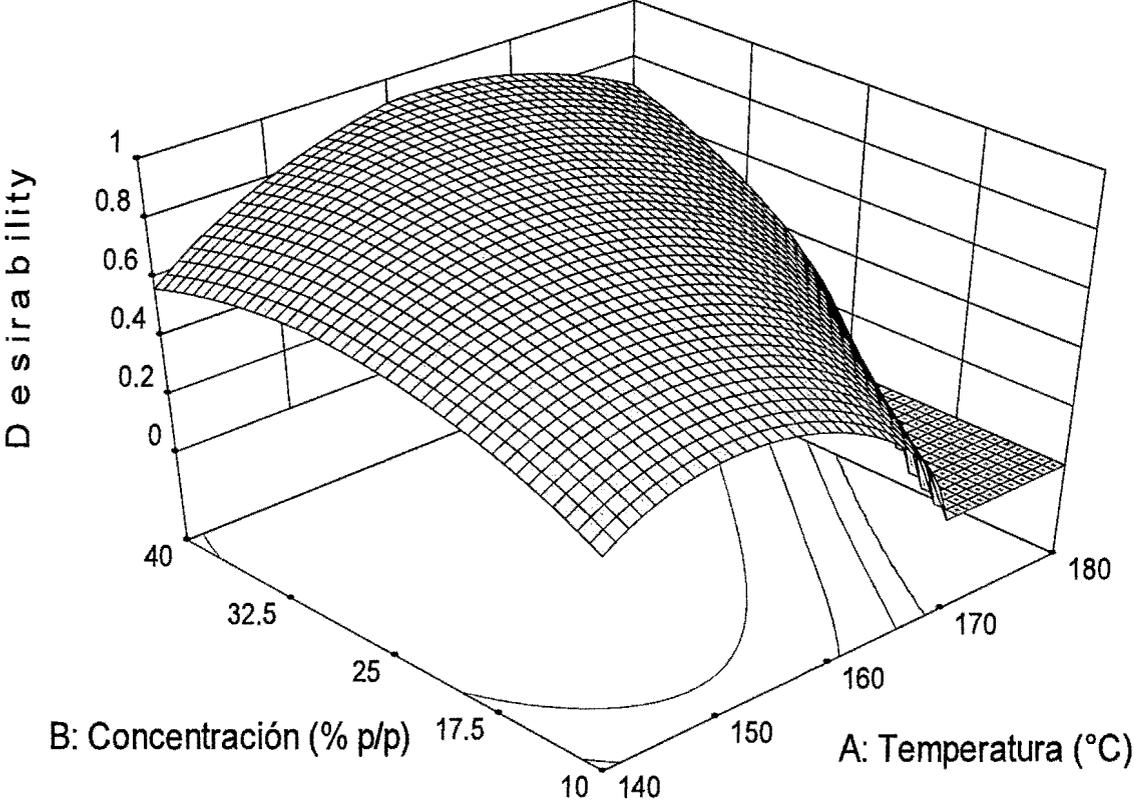
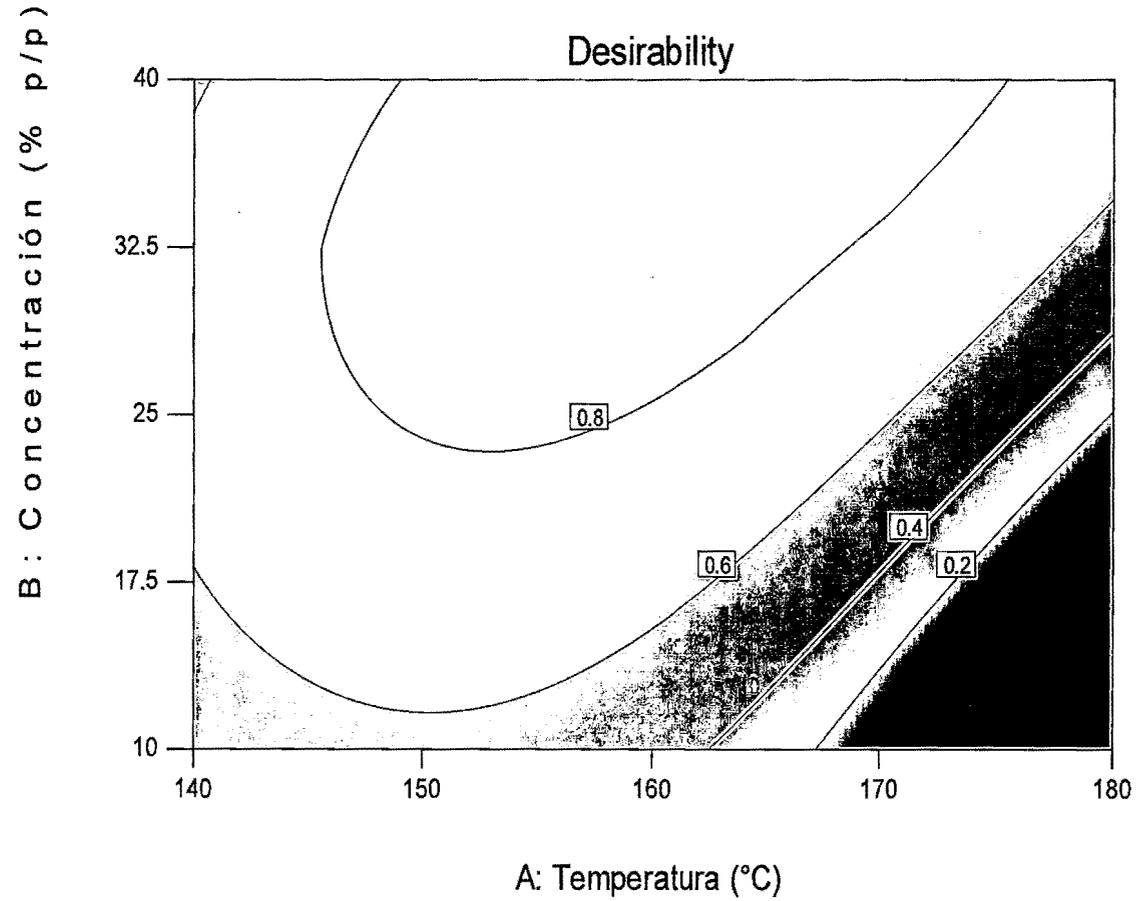


Gráfico 5.8. Contornos de la Función de Deseabilidad Global(D)

Design-Expert® Software
Factor Coding: Actual
Desirability



X1 = A: Temperatura (°C)
X2 = B: Concentración (% p/p)



5.9.1. Validación de la estimación de la condición óptima

El resultado del promedio de los valores observados de los tratamientos adicionales experimentales para el Rendimiento del producto final y la Degradación térmica de taninos se muestra en el Tabla 5.21y Tabla 5.22, respectivamente.

Tabla 5.21. Valores observados para el Rendimiento del producto final

Réplica	Entrada	Salida	Rendimiento del producto final (%)
	E.T.L (g. bs)	E.T.A (g. bs)	
1	109,5	42,8	60,91
2	102,0	41,3	59,51
3	110,5	44,0	60,18
Promedio			60,20

E.T.L: Extracto Tánico Líquido

E.T.A: Extracto Tánico Atomizado

Tabla 5.22. Valores observados para la Degradación térmica de Taninos

Réplica	Entrada	Salida	Degradación térmica de taninos (%)
	E.T.L (mg Ác. Tánico/g extracto bs)	E.T.A (mg Ác. Tánico/g polvo bs)	
1	575,45	534,19	7,17
2	569,18	530,87	6,73
3	595,93	545,63	8,44
Promedio			7,45

E.T.L: Extracto Tánico Líquido

E.T.A: Extracto Tánico Atomizado

En la Tabla 5.23, se muestran los resultados de la prueba t. Se observa que la prueba de hipótesis para las dos variables de respuesta en estudio resultaron tener valores “p” mayores a 0,05, lo cual indica que los valores estimados son estadísticamente iguales a los valores observados.

En el Anexo 21 se muestra el producto final que fue producido bajo las condiciones óptimas determinadas en la presente investigación.

Tabla 5.23. Resultados de la Prueba t

Proceso	N	Media (%)	Desviación Estándar (%)	Error estándar de la media	IC de 95%		t	p
					L.I	L.S		
Rendimiento del producto final	3	60,20	0,70	0,404	58,46	61,94	1,48	0,276
Degradación térmica de taninos	3	7,45	0,89	0,513	5,24	9,65	4,11	0,054

5.10. Caracterización del producto final bajo la condición óptima del proceso

5.10.1. Caracterización Fisicoquímica

En la Tabla 5.24 se muestran los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica realizada al producto obtenido bajo la condición óptima. En el Anexo 21, se muestran las imágenes tomadas durante la caracterización fisicoquímica.

Los valores obtenidos fueron el resultado del promedio de tres repeticiones y réplicas.

Tabla 5.24. Promedio del Análisis Fisicoquímico de Extracto Tánico Atomizado de Tara (100g)

Parámetros	Promedio	Desviación Estándar
Humedad (%)	3,20	0,05
Sólidos Totales (%)	97,81	0,05
Cenizas (%)	3,48	0,01
Polifenoles Totales (%)	78	0,10
Taninos Totales (%)	75	0,10
Color	Crema Claro	

Se observa que el resultado de humedad obtenido ($3,2 \% \pm 0,1$), se encuentra por debajo del 5% de humedad recomendable para productos secos, y dentro de los rangos de humedad reportados por Reineccius (2006) para productos secados por atomización, que es de 1 - 6%.

5.10.2. Caracterización Microbiológica

En la Tabla 5.25 se muestran los resultados obtenidos de la caracterización microbiológica realizada al producto bajo la condición óptima. En el Anexo 22, se muestran las fotografías tomadas del flujo seguido durante la caracterización microbiológica.

Se tomó como referencia los parámetros microbiológicos establecidos por la Farmacopea Europea (2012) para la comparación con los resultados experimentales determinados, debido al uso destinado para el extracto tánico atomizado como un aditivo funcional o para preparaciones farmacéuticas en la industria alimentaria y farmacéutica respectivamente.

Tabla 5.25. Análisis Microbiológico del Extracto Tánico Atomizado Óptimo

Análisis Microbiológicos	Unidades	Resultados	Límites ^(a)
Aerobios Mesófilos	UFC/g	< 3	$\leq 10^4$
Coliformes Totales	UFC/g	< 3	$\leq 10^2$
Mohos y Levaduras	UFC/g	< 3	$\leq 10^2$

UFC: Unidad Formadora de Colonia

^(a) Según European Pharmacopoeia (2012)

Se observa que los valores obtenidos cumplen con los parámetros establecidos por la Farmacopea Europea (2012) para preparaciones farmacéuticas, siendo el producto apto para el consumo humano, asimismo para su comercialización nacional e internacional.

CAPITULO VI

DISCUSIONES

6.1. Etapa I: Elección de la variable de respuesta prioritaria

En los resultados obtenidos de las pruebas preliminares, se observó que a condiciones de temperaturas de aire de secado menores a 140°C no se obtuvieron resultados, mientras que a temperaturas mayores a este, se obtuvieron rendimientos entre 4,76% y 6,85%, los cuales se consideraron como bajos rendimientos. Estos resultados fueron ocasionados por la presencia de los fenómenos de adhesión y cohesión, durante el proceso de secado por atomización, este resultado coincide con los reportado por el autor Zalacain (2001) al atomizar el extracto tánico de Zumaque, el cual presenta en su composición taninos de naturaleza hidrolizables como el de la Tara. También, estos resultados son congruentes a lo reportado por otros autores como López et al., (2008), durante el secado por atomización del extracto acuoso *Bidens alba L.* y López et al., (2006), durante el secado por atomización del extracto acuoso de *Calendula officinalis L.* Se deduce que los bajos rendimientos obtenidos en las pruebas preliminares son causados por la presencia de azúcares de bajo peso molecular en el extracto tánico de tara, por lo que se

denota que la adición de coadyuvantes de secado (encapsulantes) a la solución extractiva antes de su secado es casi obligatoria según lo indicado por autores como López et al., (2008) y Oliveira et al., (2010) para la obtención de un producto en polvo estable, así como para aumentar el rendimiento de atomización (Lozano, 2009), lo cual justifica la selección de la “concentración de encapsulante” como un factor más en el estudio.

Se seleccionó al encapsulante maltodextrina por su amplio uso en el secado de extractos vegetales reportado por autores como Reineccius (1991), López et al. (2008), y Oliveira et al. (2010), lo cual se encuentra directamente relacionado a las características de baja higroscopicidad y alta solubilidad que presenta este encapsulante, que brinda mayor facilidad en el secado de los productos. Asimismo, para la selección del equivalente de dextrosa (DE) de la maltodextrina se tuvo como referencia lo reportado por Kuntz (1997) y López et al. (2008) quienes indican que el típico DE empleado en procesos de secado por atomización y aglomeración es de 10 DE, ya que proporcionan una mayor estabilidad del producto. Lo cual se encuentra directamente relacionado a que este tipo de maltodextrina presenta una longitud de cadena más larga, que adquiere una forma helicoidal de tamaño pequeño logrando volúmenes más pequeños, esto brinda la posibilidad de adicionar

altas cantidades de este encapsulante logrando un aumento en grados Brix sin afectar de manera relevante la viscosidad final en la mezcla, lo cual favorece a las características de las mezclas secas obtenidas (Kuntz, 1997).

Finalmente, la selección de los factores velocidad de alimentación y velocidad de aire de secado, se realizó en base a la influencia de ambas variables en el proceso de secado por atomización, reportado por autores como Masters (2002) y López et al. (2008).

6.2. Etapa II: Determinación de los factores significativos

Según los resultados obtenidos en el ANOVA, se encontró que los factores “Velocidad del aire de secado” (F2) y “Velocidad de Alimentación” (F3) presentaron efectos significativos sobre el rendimiento del extracto tánico atomizado ($p < 0,05$). Se observó que el factor “Velocidad de Aire de Secado” presentó una relación directa con la variable de respuesta “Rendimiento del producto final”, lo cual coincide con lo reportado por López et al. (2008) y Masters (2002), de modo que al aumentar el nivel de la velocidad de aire de secado esto produjo un incremento en la recuperación de polvos atomizados, lo cual se debe al calentamiento y transferencia de masa más rápido, por tanto a un proceso de secado más rápido.

King (1995), indica además que este factor viene limitado por el diseño del secador y por los parámetros de operación.

El factor "Velocidad de alimentación" presentó una relación inversa con la variable de respuesta "Rendimiento del producto final". Estos resultados son congruentes con los obtenidos por León, F. (2010) durante la atomización de mucílago de nopal *Opuntia ficus*; y Chegini y Ghobadian (2007) durante la atomización de jugo de naranja, quienes reportaron la obtención de mayores rendimientos a bajos flujos de alimentación, lo cual se le atribuye a un secado correcto pues a menor cantidad de fluido, no existe sobresaturación de la muestra en la cámara de secado por tanto se logra eliminar mayor cantidad de humedad.

En la determinación de los factores y niveles que permitieron mejorar el rendimiento del producto final, se observó que al adicionar encapsulante en la concentración de 25%, p/p a la muestra de extracto tánico antes de su secado, se obtuvo la más alta recuperación de polvos atomizados (51,4%), lo cual se deduce que a esa concentración se logró obtener una temperatura de transición vítrea (T_g) de la muestra superior a la temperatura de secado empleada (160°C), permitiendo que los polvos sean mucho más estables durante el proceso de secado.

6.3. Etapa III: Determinación de los modelos ajustados

Los modelos estimados para las variables de respuesta, rendimiento del producto final y degradación térmica de taninos, resultaron tener falta de ajustes no significativos ($p > 0,05$) con valores R-cuadrados ajustados mayores al 85%, estos valores garantizaron los buenos ajustes de los modelos a través de la Metodología de Superficie de Respuesta. Según el ANOVA para el rendimiento del producto final, los factores temperatura de secado y concentración de encapsulante presentaron efectos significativos ($p < 0,05$). Se observó que ambos factores en estudio presentaron una relación directa con el rendimiento, lo cual coincide con lo reportado por Lozano, M. (2009). Al incrementar las concentraciones de encapsulante se logró incrementar la temperatura de transición vítrea (T_g) del extracto tánico, lo cual produjo la disminución de los fenómenos de adhesión y cohesión conllevando a una mayor estabilidad del producto durante el secado y por ende una alta recuperación de polvos atomizados.

Durante el proceso de secado se observó que al incrementarse la temperatura del aire de secado, se obtuvo un mayor rendimiento de producto atomizado, lo cual coincide con lo indicado por Masters (2002) y Bringas-Lantigua, M. y J. Pino (2012), durante la

microencapsulación de aceite esencial de Lima, mediante secado por atomización. La relación directa entre estas variables, puede deberse a que al tratarse el proceso de secado por atomización de un proceso de transferencia de calor y de masa, el aire transfiere calor por convección a la gota de líquido y la gota transfiere masa que es el agua, por tanto al elevarse la temperatura de aire de secado esto favorece la evaporación del agua más rápida, evitando el apelmazamiento o fenómeno de adhesión y cohesión (stickiness) en la cámara de secado y ciclón, conllevando a una alta recuperación del producto atomizado.

Para la Degradación térmica de taninos se observó que al emplear una mayor concentración de encapsulante la degradación de los taninos disminuyó, comprobándose de esta manera el efecto protector que presentó la maltodextrina DE 10 frente a los taninos hidrolizables presentes en el extracto tánico de tara. Lo cual es congruente con lo indicado por Martins A. et al. (2003) donde se estudió de secado por atomización del extracto de *M. ilicifolia* quien reportó el efecto protector de los encapsulantes o coadyuvantes de secado frente a la degradación térmica de taninos, ya que encontró que en los extractos que no presentaron adición de coadyuvantes la concentración de taninos fue de 27% menor con respecto a los que si presentaron la adición de coadyuvantes. La degradación de

taninos, se asocia a la desnaturalización de los taninos causada por la exposición a altas temperaturas durante el proceso de secado por atomización, incluso cuando ésta ocurre durante un corto período de tiempo.

Se obtuvo una relación directa entre la temperatura del aire de secado y la degradación térmica de taninos, de esta manera al incrementarse la temperatura de secado se obtuvo una mayor degradación térmica de los taninos hidrolizables presentes en el extracto tánico de tara, lo cual coincide con lo indicado por el autor Zalacain, A. (2001), quien reportó que al someter extractos tánicos (de naturaleza hidrolizables) a temperaturas superiores (130 - 176°C) se produjo la degradación de taninos en la muestra.

6.4. Etapa IV: Determinación de la condición óptima

Se observa que el uso de niveles altos de Concentración de encapsulante (40% p/p) con una temperatura del aire de secado intermedio (160,8°C) influyeron en la obtención de una máxima recuperación del extracto tánico atomizado (alrededor de 59,38%) y de una mínima degradación de taninos (5,34%), donde estas mismas condiciones permitieron obtener una Deseabilidad Global (D) cercano a la unidad (0,925) considerada como adecuada para el

presente estudio. Los resultados obtenidos denotan la relación directa existente entre el factor concentración de encapsulante y el rendimiento del producto final, lo cual coincide con lo reportado por autores como Lozano, M. (2009), y López et al. (2006), durante el proceso de secado por atomización de extracto acuoso de *Calendula officinalis* L.

En la presente investigación se encontró que a mayor temperatura del aire de secado y sin la adición de encapsulante, la degradación de taninos fue significativa (alrededor de 15%), Sin embargo Zalacain, A. (2001), reportó que la degradación de taninos durante el proceso de secado por atomización de extractos tánicos (de naturaleza hidrolizables) sin la adición de encapsulante no se ve afectada en gran medida por temperaturas altas de secado por atomización (130 – 176°C), se deduce que esta diferencia entre resultados se debe a factores como el diseño del equipo atomizador ya que el utilizado por el autor en mención presentó en su diseño un aspirador incorporado, el cual no presentó en el equipo utilizado en la presente investigación. Esta diferencia de diseño pudo haber influido en un mayor tiempo de contacto de la muestra atomizada con la temperatura del aire de secado ocasionando una mayor degradación de taninos.

Las características iniciales de los extractos tánicos a ser secados, principalmente los grados Brix, pudo haber influenciado de manera significativa sobre el proceso de secado, ya que al ingresar la muestra con un mayor grado Brix se obtuvo una mayor recuperación de los polvos secos; este mismo comportamiento lo reportó Zalacain, A. (2001) donde el mayor contenido de sólidos totales permitió, durante el secado, una menor eliminación de la cantidad de agua de la muestra con un menor tiempo de contacto del mismo con el calor evitándose así una menor degradación de taninos.

El valor de rendimiento óptimo obtenido para el extracto tánico atomizado que fue de 59,38%, se encuentra dentro de los rendimientos considerados muy buenos para secadores a escala de laboratorio por autores como Gallo, L. et al. (2011) de 55 – 86%, lo cual supone mejores rendimientos a nivel industrial.

Se obtuvo un producto estable y de calidad microbiológica pudiendo ser usada como aditivo en la elaboración de productos funcionales y/o nutracéuticos. Se le atribuye su estabilidad a su contenido de humedad el cual se encontró por debajo a 5% recomendables para producto deshidratados en polvo, asimismo de calidad microbiológica por cumplir con los parámetros microbiológicos establecidos por European Pharmacopoeia para preparaciones

farmacéuticas, siendo éstos más exigentes a los reportados y encontrados en otras bibliografías para productos semejantes al uso destinado del producto obtenido en la presente investigación.

CAPITULO VII

CONCLUSIONES

1. De las pruebas preliminares se observó que se obtenían bajos rendimientos del producto final, por ende esta variable de respuesta fue la primera en ser estudiada para mejorarlo.
2. Mediante el Método de Taguchi se determinó que la velocidad de aire de secado y velocidad de alimentación influyen significativamente ($p < 0,05$) sobre el rendimiento del producto final, sin embargo la temperatura de aire de secado y concentración de encapsulante no resultaron ser significativos. Los factores significativos se fijaron en sus niveles 10 (5m/s) y 1 (0,16l/h) respectivamente, ya que con estos niveles se garantizaban mayores rendimientos obteniendo un 51,40% de polvos secos recuperados
3. Los modelos matemáticos ajustados para el rendimiento del producto final y la degradación térmica de taninos, hallados mediante la Metodología de Superficie de Respuesta, resultaron ser estadísticamente significativos, donde el estadístico "falta de ajuste" para los modelos matemáticos presentaron valores "p" mayores a 0,05, con R2 ajustado de 87,26% y 97,03% respectivamente.

4. La condición del proceso de secado que maximizó el rendimiento del producto final y que a su vez minimizó la degradación térmica de taninos resulto tener una Deseabilidad Global igual a 0,9254, teniendo como condición optima una Temperatura del aire de secado de 160,8°C, Velocidad del aire de secado de 5,0m/s, Velocidad de alimentación de 0,16l/h y Concentración de encapsulante 40% p/p. bajo estas condiciones se obtuvo 59,38% de Rendimiento del producto final y 5,34% de Degradación térmica de Taninos.

CAPITULO VIII

RECOMENDACIONES

- Evaluar el uso potencial de los extractos tánicos atomizados de la tara como aditivo en la elaboración de productos funcionales y/o nutraceuticos en la industria alimentaria y farmacéutica.
- Evaluar la eficacia de la capacidad antioxidante del extracto tánico atomizado de Tara.
- Estudiar la estabilidad del extracto tánico atomizado durante su almacenamiento.
- Evaluar el proceso de secado por atomización del extracto tánico de tara, empleándose sistemas de alimentación por discos rotatorios.
- Estudiar la velocidad de evaporación como variable respuesta, durante el proceso de secado por atomización de extractos vegetales.

- Realizar pruebas de secado por atomización de extracto tánico atomizado empleando tipos de encapsulantes diferentes a la Maltodextrina DE 10.
- Evaluar la influencia de las condiciones de secado por atomización sobre la calidad del extracto tánico atomizado de tara, en función a sus propiedades físicas, como solubilidad, tamaño de partícula, higroscopicidad, densidad, entre otras.

BIBLIOGRAFIA

- Acevedo B., Montiel M. y Avanza J. 2002. Efecto del tratamiento térmico en la capacidad antioxidante total de jugos de pomelo, naranja y mandarina. Facultad de ciencias exactas y naturales y agrimensura. Argentina [en línea]. <http://www1.unne.edu.ar/cyt/2002/08-Exactas/E-013.pdf>. Consultado: Abril 2010.
- Acosta-EsquiJarosa, J.; Jáuregui-Haza, U.; Amaro-González, D.; SordoMartínez, L. 2009. Spray drying of aqueous extract of *Mangifera indica* L. (Vimang): Scale up for the process. World Applied Sciences Journal. Vol. 6, n°. 3, 408-412 p.
- ALNICOLSA. 2013. Todo sobre Tara (*Caesalpinia spinosa*). Consultado en: <http://taninos.tripod.com/>.
- Altieri, M. y Nicholls, C. 2000. "Agroecología – Teoría y práctica para una agricultura sustentable". Obtenido en: <http://www.ambiente.gov.ar/infoteca/ea/descargas/altieri01.pdf>. En Marzo, 2010.
- AOAC. 1984. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 14th Edition. Washington, DC.
- AOAC, 1990. Official Method of Analysis. 15th Edn., Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC., USA.

- AOAC, 1995. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemistry. 16th Edition., Washington, USA.
- AOAC, 2000. Official method of analysis 934.01 (17th Edition) Volume I. Association of Official Analytical Chemists, Inc., Maryland, USA.
- Araneda, C. y F. Valenzuela. 2009. Microencapsulación de extractantes: una metodología alternativa de extracción de metales. Revista Ciencia Ahora 22(11): 9-19.
- Arrellano Anaya, S. 2005. Ingeniería de Calidad. Disponible en: <http://www.itchihuahua.edu.mx/academia/industria/ingcalidad/unidad3.html>.
- Ayala, J y Pardo, R. 1995. Optimización por diseños experimentales con aplicación en ingeniería. Lima – Perú.
- Astray, G., J. Mejuto, R. Rial, C. González and J. Simal. 2009. A review on the use of cyclodextrins in foods. Food Hydrocolloids 23(7): 1631-1640.
- Balza, F. *et al.*, 1989. *Identification of proanthocyanidin polymers as the piscicidal constituents of Mammeasiamensis, Polygonumstagninum and Diospyros diepenhorstii* .Phytochemistry, 28(7): 1827-1830.
- Barbosa-Cánovas, G.V.; Ortega-Rivas, E.; Juliano, P.; Yan, H. 2005. Encapsulation Processes, In: Food powders: Physical Properties, Processing, and Functionality, Chapter 8, 199-219.

- Bate-Smith, E.C. 1977. Astringent tannins of *Acer* species. *Phytochemistry*, 16: 1421-1427.
- Benavente - García, O., Castillo, J., Marin, F. R., Ortuno, A., y Del Rio J. A. 1997. Uses and properties of citrus flavonoids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 4505-4515.
- Bhandari, B. R., Senoussi, A., Dumoulin, E. D., & Lebert, A. 1993. Spray drying of concentrated fruit juices. *Drying Technology*, 11, 1081-1092.
- Bhandari, B.R.; Howe, T. 1999. Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Technology*, 40, 71-79.
- Bhandari, B.R.; R. W., Hartel. 2005. Phase transitions during food powder production and powder stability. In: Onwulata, Charles (Ed.). *Encapsulated and Powdered Foods*, Chapter 11, pp. 261 – 292, Boca Raton: Taylor & Francis.
- Bhandari, B. 2008. Spray Drying and Power Properties. En: Hui, Y.H., Clary, C., Farid, M.M., Fasina, O.O, Noomhorm, A. and Welti – Chanes, J. (Eds.). *Food Drying Science and Technology. Microbiology, Chemistry, Applications*. DEStech Publications, Inc.: Lancaster, ennsylvania U.S.A.
- Boonyai, P., Bhandari, B., Howes, T. 2004. Stickiness measurements techniques for food powders: a review. *Powder Technology* 145, 34-46.

- Bravo, N. 2010. Estudio de la extracción de taninos a partir de la tara (*Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze) aplicando los métodos Taguchi y superficie de respuesta. Tesis para optar al Grado de Máster en Tecnología de Alimentos. Lima, Perú.
- Bringas–Antigua, M. y J. Pino (2012). Microencapsulación de Saborizantes mediante Secado por Atomización. Instituto de Investigaciones para la Industria Alimentaria. La Habana, Cuba.
- Butler, LG. 1992. Protein polyphenols interaction: nutritional aspects. En Proceedings of grape polyphenol. Vol. 16, part II, pp. 11-18.
- CA 91, 73146r (1979), Suginami, K.
- CA 83, 191631c (1975), Leonte, M.
- CA 78, 70162p (1973), Shinohara,
- Cabellos, I. 2009. Monografía de *Caesalpinia spinosa* “Tara” (Molina) Kuntze. Facultad de Industrias Alimentarias, Universidad Nacional Agraria La Molina. Lima. 32pp.
- Cacho, L. 1974. Estudio técnico para la obtención de taninos en polvo a partir de las vainas de tara (*Caesalpineae tinctoria*). Tesis para optar al grado profesional de Ingeniería de Industrias Alimentarias. Lima, Perú.
- Casper D. 2003. GF was first in encapsulation. Food Technology. 57(1). 88-89 p.
- Chegini, G.R.; Ghobadian, B. 2007. Spray dryer parameters for fruit juice drying. World Journal of Agricultural Sciences, 3, 230-236.

- Chiou, D.; Langrish, T.A.G. Crystallisation of amorphous spray-dried powders. In Proceedings of 15th International Drying Symposium (IDS 2006), Budapest, Hungary, 2006, pp. 562-569.
- Chu, K.K.W.; Chow, A.H.L. 2000. Impact of carbohydrate constituents on moisture sorption of herbal extracts. *Pharmaceutical Research*, 17(9), 1133-1137.
- Clifford, M. N. 1992. Sensory and dietary properties of phenols. En Proceedings of the 16th International Conference of Grape Polyphenol. Vol. 16, part II, pp. 18-23.
- Cochran, W y Cox, G. 1990. Diseños Experimentales. Segunda Edición. Editorial Trillas. México.
- Comisión de Promoción del Perú para la Exportación y el Turismo (PROMPERU). BIOCOMERCIO. Información Comercial: Ficha Técnica de Tara (*Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze). Fecha de Consulta: 12 de Junio del 2013. Obtenido en: http://biocomercio.peru.promperu.gob.pe/admin/recursos/productos/ficha_tara.pdf.
- Condeña, F. 2009. Presentación en el IV FORO sobre TARA. Huaraz, Ancash.
- Condori A. 2008. Investigación Tecnológica del Proceso de Extracción de Taninos a partir de las vainas de Tara (*Caesalpineae tinctoria*). Moquegua, Perú.

- Cordeiro, D.S. 2000. Produção de extrato seco de *Maytenus ilicifolia* Martius ex Reiss pelo processoleito de jorro. PPGCF-FCFRP/USP, Ribeirão Preto, SP, (Dissertação), 80p.
- Cordeiro, D.S.; Oliveira, W.P. 2005. Technical aspects of the production of dried extract of *Maytenus ilicifolia* leaves by jet spouted bed drying. International Journal of Pharmaceutics, 299(1-2), 115-126.
- Cornell, J. citado por Salazar, L. Optimización del nivel de sustitución de tejido graso de cerdo por inulina de la formulación de un paté bajo en grasa. Tesis. 2006; UNALM, Lima.
- Cortez, D. 2012. Obtención de extracto tánico y extracto gálico a partir de la harina de vaina de Guarango (*Caesalpineae spinosa*) (Mol.) O. Kuntz, a escala de Laboratorio. Tesis para optar al grado profesional de Ingeniero Químico. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba, Ecuador.
- Cuesta, C. 2010. Metodología de Superficies de Respuesta, gran alternativa para incrementar la productividad de sus procesos. Centro de Ingeniería de la Calidad; Disponible en: <http://www.cicalidad.com/articulos/RSM.pdf>; Cali, Colombia.
- De la Cruz, P. 2004. Aprovechamiento integral y racional de la tara (*Caesalpinia spinosa* – *Caesalpinia tinctoria*). Revista del Instituto de Investigación FIGMMG - UNMSM, 7(14): 64-73.
- Derringer, G. y Suich, R. 1980. Simultaneous optimization of several response variables, Journal of Quality Technology, 12, 214-219.

- Desai, K.G.H.; Park, H.J. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23, 1361-1394.
- Díaz, P. 2010. Forestación piloto con la tara en la microcuenca de San Juan (Alto Jequetepeque) Cajamarca. Tesis para optar el título profesional de Ingeniero Industrial. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Ingeniería Industrial.
- Dolinsky, A., Maletskaya, K. y Snezhkin, Y. 2000. Fruit and vegetable powders production technology on the bases of spray and convective drying methods. *Drying Technology* 18, 747-758.
- Duthie, G.G., Duthie, S.J., y Kyle, J.A.M. 2000. Plant polyphenols in cancer and heart disease: implications as Nutritional antioxidants. *Nutrition Research Reviews*, 13, 79 – 106.
- European Pharmacopoeia. 2012. Microbiological quality of pharmaceutical preparations.
- FAO/OMS. 1970. Evaluación de los aditivos alimentarios. 14º Informe del Comité Mixto FAO/OMS de Expertos en Aditivos Alimentarios.
- Fellows, P. 1994. Tecnología del procesado de los alimentos, principios y prácticas. España. Acribia. 273 – 284 p.
- Frutos, P., Hervás, G., Giráldez, F.J. & Mantecón, A.R. 2004. Review. Tannins and ruminant nutrition. *Spanish Journal of Agricultural Research* 2 (2): 191 - 202.

- Fuchs, M., C. Turchiuli, M. Bohin, M. Cuvelier, C. Ordonnaud, M. Peyrat and E. Dumoulin. 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering* 75(1): 27-35.
- Gallo, L., et al. 2011. Influence of spray-drying operating conditions on *Rhamnus purshiana* (Cáscara sagrada) extract powder physical properties. *Powder Technology*. *Powder Technology*. Vol. 208, pp. 205-214.
- García-Gutiérrez, C.; González-Maldonado, M. B.; Ochoa- Martínez, L.A.; y Medrano-Roldán, H. 2004. Microencapsulación de jugo de cebada verde mediante secado por aspersion. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*. Vol.4, n. °4, pp. 262 – 266.
- Garro, J.; Riedl, B.; Conner, A. (1997). Analytical Studies on Tara Tannins. *Holzforschung* 51 (3), 235-243.
- Gharsallaoui, A.; Roudaut, G.; Chambin, O.; Voilley, A.; Saurel, R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: an overview. *Food Research International*, 40, 1107-1121.
- Geankopolis, C. J. 1999. Procesos de transporte y operaciones unitarias. México, Continental. 583 – 584 p.
- Gertenback, D.D. 2002. Solid-liquid extraction technologies for manufacturing nutraceuticals. In: Shi, J.; Mazza, G.; Maguer, M. (Eds). *Functional Foods - Biochemical and processing aspects*, Chapter 11, 1-36, CRC Press, Boca Raton; USA.

- Gonzales, A. 1999. Análisis termodinámico de la evaporación y la pulverización de la leche en polvo. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería Química.
- Goula, A.M.; Adamopoulos, K.G. 2004. Spray drying of tomato pulp: Effect of feed concentration. *Drying Technology*. Vol. 22, 2309-2330.
- Harborne, J.B. 1980. Phenolics compounds derived from shikimate. *Biosynthesis* 6: 40-75.
- Goula, A.M.; Adamopoulos, K.G. 2008. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. Drying kinetics and product recovery. *Drying Technology*. Vol. 26, 714-725.
- Harborne, J. B. 1989. General procedures and measurement of total phenolics. In J.B. Harborne. *Methods in plant biochemistry*, 1, 1 – 28.
- Harborne, J. B., Baxter, H., y Moss, G. P. 1999. *Phytochemical dictionary: A Handbook of bioactive compounds from plants*, Second Edition, London: Taylor & Francis.
- Hagerman, A. (1998, 2002). *Tannin Chemistry*. Miami University-USA. Disponible en: www.users.muohio.edu/hagermae/tannin.pdf.
- Haslam E. 1989. "Plant Polyphenols - Vegetable tannins revisited". En *Chemistry and pharmacology of natural products series*, Cambridge University Press, Cambridge.
- Haslam, E. 1996. Natural polyphenols (vegetable tannins) as drugs and medicines: possible modes of action. *Journal of Natural Products*, 59, 205 – 215.

- Mangan J. 1988. Nutritional effects of tannins in animal feeds. *Nutrition Research Reviews* 1: 209-231
- Harborne, J.B. 1997. *Chemotaxonomie der pflanzen. Volume XIb-1, Leguminosae, Part 2 : by and , Birkhauser, Basle, 1996, 512 pp., [pound sign] 244. ISBN 3-7643-5165-9.* *Phytochemistry*, 44(8): 1596-1454.
- Haslam, E. 1998. *Practical Polyphenolics: From structure to molecular recognition and physiological action.* Cambridge University Press. P.84-177.
- Hayashi, H. 1989. Drying technologies of foods - their history and future, *Drying Technology* 1989, 7(2), 315-369.
- Heldman, D. R. 1975. *Food Process Engineering,* The Avi Publishing Company Incorporated, Westport, Connecticut.
- Hernández M.R. 2010. Evaluación de mezclas de inulina, maltodextrina y goma arábiga para la microencapsulación de *L. casei*. Tesis de Licenciatura. Universidad de las Américas Puebla.
- Hertog, M. G., Feskens, E. J., Hollman, P. C., Katan, M. B., y Kromhout, D. 1993. Dietary antioxidant flavonoides and risk of coronary heart disease; the Zutphen Elderly Study. *Lancet*, 342, 1007 – 1011.
- Hidrobo, G. 2011. Desarrollo de un método de extracción, a escala de laboratorio, de gomas provenientes de las semillas de guarango (*Caesalpinia spinosa*), para la aplicación en la industria alimenticia.

Quito, Ecuador. Ubicado en:

<http://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/4067/1/CD-3796.pdf>.

- Ignatowicz E., Balana B., Vulimiri S. V., Szaefer H., Baer-Dubowska W. 2003. The effect of plant phenolics on the formation of 7,12-dimethylbenz[a]anthracene-DNA adducts and TPA stimulated polymorphonuclear neutrophils chemiluminescence *in vitro*. *Toxicology*, 189, 199–209.
- Isaza, J.H., Ito, H., and Yoshida, T. 2004. *Oligomeric hydrolysable tannins from Monochaetum multiflorum*. *Phytochemistry*, 65(3): 359-367.
- Isaza, J.H. 2007. Taninos o Polifenoles Vegetales. *Scientia et Technica*. 13(33): 13-18.
- Ishimaru K., Nonaka G. I., Nishioka I. 1987. Tannins and related compounds. LV. Isolation and characterisation of acutissimins A and B, novel tannins from *Quercus* and *Castanea* species. *Chem. Pharm. Bull.*, 35, 602-610.
- ISO 4833-2:2003
- ISO 4832:2006
- ISO 7954, 1988
- Jansman, A.J.M. 1993. Tannins in feedstuffs for simple stomached animals. *Nutrition Research Reviews*, 6, 209-236.
- Kandil, F. *et al.*, 1999. *Phenolics and flavonoids from Haematoxylon campechianum*. *Phytochemistry*, 51(1): 133-134.

- King, C.J. 1995. Spray drying: retention of volatile compounds revisited. *Drying Technology*, 13(5-7), 1221-1240.
- Kinsella, J.E., Frankel, E., German, B. and Kanner, J. 1993. Possible Mechanisms for the Protective Role of Antioxidants in Wine and Plant Foods. *Food Technology*.85-89pp.
- Kumar R, Vaithyanathan S. 1990. Occurrence, nutritional significance and effect on animal productivity of tannins in tree leaves. *Animal Feed Science and Technology* 30, 21 - 38.
- Kuntz, L. 1997 Making the Most of Maltodextrins. Ubicado en: <http://www.foodproductdesign.com/articles/1997/08/making-the-most-of-maltodextrins.aspx#top>. Consultado el 30 de Julio del 2013.
- Larrauri, J. A., Rupérez, P., Borroto, B., & Saura-Calixto, F. (1997). Seasonal changes in the composition and properties of a high dietary fibre powder from grapefruit peel. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, Vol.74, No.3, pp. 308-312, ISSN 1097-0010.
- Lastra H, E Rodríguez, H Ponce de León, M González. 2000. Método analítico para la cuantificación de taninos en el extracto acuoso de romerillo. *Revista Cubana de Plantas Medicinales* 5(1), 17-22.
- León Martínez F.M., Rodríguez Ramírez J., Medina Torres L.L., Méndez Lagunas L., Bernad Bernad M.J. 2010. Effects of drying conditions on the rheological properties of reconstituted mucilage solutions (*Opuntia ficus-indica*). *Carbohydrate polymers*, (84)(1): 439-445.

- Long, G. 1978. Spraying theory and practice. En: Chemical Engineering. Vol. 85, No. 6; p. 73-77.
- López, O. D. H., A. C. Muñoz, R. F. Carmona, L. A. Torres y M. L. S. González. 2006. Influencia del uso de aditivos sobre el rendimiento del proceso de secado por aspersion de extracto acuoso de *Calendula officinalis* L. Revista Cubana de Plantas Medicinales 11(1).
- López Hernandez, Orestes Darío, et al. 2008. Secado por aspersion de extracto acuoso de *Bidens alba* L. a escalas de laboratorio y banco. Revista Cubana de Plantas Medicinales, vol.13, n.º 4.
- López, B.E; Carvajal, L.M; Millan, L.J. 2009. Establecimiento de condiciones de la mezcla de pulpa de banano (*Musa paradisiaca* L.) para someter a secado por aspersion. Rev. Facultad Química Farmacéutica, 16: 287-96.
- Lozano, M. 2009. Obtención de microencapsulados funcionales de zumo de *Opuntia stricta* mediante secado por atomización. Tesis de Licenciatura que para obtener el Título de Ingeniero Técnico Industrial con especialidad en Química Industrial. Universidad Politécnica de Cartagena, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial.
- Masters, K. (2002) Spray Drying in practice. Ed. SprayDryConsult International ApS, Charlottenlund, Denmark.
- Makkar, H.P.S., Bluemmel, M., Borowy, N.K., Becker, K. 1993. Gravimetric determination of tannins and their correlations with

- chemical and protein precipitation methods, *Journal Science Food and Agriculture*. 61. 161–165.
- Manach, C., Mazur, A., y Scalbert, A. 2005. Polyphenols and prevention of cardiovascular diseases. *Current Opinions in Lipidology*, 16, 77 – 84.
 - Mancero, L. 2008. La Tara (*Caesalpinia spinosa*) en Perú, Bolivia y Ecuador: Análisis de la cadena productiva en la Región. Programa Regional ECOBONA – INTERCOOPERATION, Quito.
 - Marfil, R. 1991. Método Taguchi, una herramienta para el mejoramiento de la calidad tecnología de alimentos. *Tecnología de los Alimentos* 26(5): 14-33.
 - Martínez–Valverde, I.; Periago, M. J.; Ros, G. 2000. Significado nutricional de los compuestos fenólicos de la dieta. *Archivos Latinoamericanos de nutrición*.
 - Martins A. G., Guterres S.S., González-Ortega, G. 2003. Anty-ulcer Activity of Spray-dried Powders prepared from Leaf Extracts of *Maytenus ilicifolia* Martius ex Reiss. *Acta Farmacéutica Bonaerense*, Vol. 22, n.º1, pp. 39 – 44, ISSN 0326-2383.
 - Masters, K. 1972. Spray drying. An introduction to principles, operational practice and applications. Leonard Hill Books; London.
 - Mattisek R, 1998. Análisis de Alimentos: Fundamentos, métodos, aplicaciones. Zaragoza: Acribia, 416 p.

- Meyers, K.J., Swiecki, T.J., and Mitchell, A.E. 2006. *Understanding the native Californian diet: Identification of condensed and hydrolysable tannins in tanoak acorns (Lithocarpus densiflorus)*. J Agric Food Chem, 54(20): 7686-7691.
- Middleton, E., Kandaswami, C., y Theoharides, T. C. (2000). The effects of plants flavonoids on mammalian cells: implications for inflammation, heart disease and cancer. *Pharmacological Reviews*, 52, 673 – 751.
- Miller, N.J.; Rice-Evans, C.A. 1997. The relative contributions of ascorbic acid and phenolic antioxidants to the total antioxidant activity of orange and apple fruit juices and blackcurrant drink. **Food Chem.** v. 60, p. 331-337.
- Montes E., C. De Paula y F. Ortega. 2007. Determinación de las condiciones óptimas de encapsulamiento por cocrystalización de jugo de maracuyá (*Passiflora edulis*), Revista Temas Agrarios 12: 5-12.
- Montgomery, D. 2004. Diseño y Análisis de Experimentos. 2º Edición, Editorial Limusa. México.
- Mueller-Harvey I., J.D. Reed y R.D. Hartley. 1987. Characterizations of phenolic compounds, including flavonoids and tannins of 10 Ethiopian browse species by high performance liquid chromatography. J. Sci. Food. Agric. 39: 1-14.
- Mueller - Harvey, Irene. 2001. Analysis of hydrolysable tannins. *Animal Feed Science and Technology*. 91:3.

- Mulvaney, Steven J. Shirik y Rizvi, Syed S. 2003. Ingeniería de los alimentos, operaciones unitarias y prácticas de laboratorio. México, Limusa, 205-212 idem 268 – 279 p.
- Mujumdar, A.S. 1995. Handbook of Industrial Drying. Ed. Marcel Dekker, Inc., New York. pp. 263-309.
- Nieto, C. y Barona, N. 2007. “El guarango, una opción agroindustrial y de exportación para conservación productiva”. 1ra. Edición. Fundación desde el Surco. Quito, Ecuador. Pp. 1-20. Ancash, 26-27 nov.2009.
- Oliveira, W.P., Souza, C.R.F., Kurozawa, L.E., Park, K.L. 2010. Spray drying of food and herbal products - Volume 1, Ed. Woo, M.W., Mujumdar, A.S. and Daud, W.R.W., ISBN - 978-981-08-6270-1, Published in Singapore, pp. 113-156.
- Okuda, T. *et al.*, 1980. *Ellagitannins of the casuarinaceae, stachyuraceae and myrtaceae*. Phytochemistry, 21(12): 2871-2874.
- Okuda T, Yoshida T, Hatano T. 1990. Oligomeric hidrolizable tannins, a new class of plant polyphenols. Heterocycles 30, 1195.
- Oszmianski, J. *et al.*, 2007. *Antioxidant tannins from Rosaceae plant roots*. Food Chemistry, 100(2): 579-583.
- Palici, I., Tita, B., Ursica, L., Tita, D. 2005. Method for quantitative determination of polyphenolic compounds and tannins from vegetal products, Seria F Chemia, vol. 8, p.21-32.

- Parr, A. J., y Bowell, G. P. 2000. Phenols in the plant and in man. The potential for possible nutritional enhancement of the diet by modifying the phenols content or profile. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80,985 – 1012.
- PERU LINE LOGISTICS SAC. Tara Export. 2010. Consultado el 13 de Junio 2013), en: <http://www.perulinelogistics.com/Tara%20Export.htm>.
- Porter, L.J. 1989. Tannins. *Meth Plant Biochem* 1. Pp: 389-419
- Pratt D. E. y Hudson B.J.F. 1990. Natural antioxidant no exploited commercially. In: Hudson, B.J.F. de. Elsevier Appliede Sciences. *Food Antioxidants*. London, 171-180.
- Pratt D.E. 1992. Natural antioxidant from plantmaterial. In: Huang, M.T., Ho, C.T. and Li, C.Y. Eds., ACS Symposium Series 507. *Phenolic compounds in food and their effects on health II. Antioxidants and cancer prevention*. American Chemical Society, Washington, DC. 54-68.
- Priyadarsini, K.I.; Khopde, S.M.; Kumar, S.S.; Mohan, H. 2002. Free radical studies of ellagic acid, a natural phenolic antioxidant. *J. Agric. Food Chem.*, Columbus, v. 50, p. 2200 – 2206.
- ProFound – Advisers In Development. 2008. Estudio de Mercado Tara, *Caesalpinia spinosa*. SIPPO Swiss Import Promotion Programme. 48 pág.
- Pulgar Vidal, Javier. 1998. Geografía del Perú. Las Ocho regiones Naturales. Promoción Editorial Inca S.A.

- Queiroz, C., Morais, S., Nascimento, E. Caracterização dos taninos da aroeira - preta (*Myracrodruon urundeuva*). 2002. Rev. Árvore [online]. Vol.26, n.4 [citado 2011- 12 - 06], pp. 493 -497. Disponible desde: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-7622002000-.
- Ramirez - Tortosa, C.; Andersen, O.M.; Gardner, P.T.; Morrice, P.C.; Wood, S.G.; Duthie, S.J.; Collins, A.R.; Duthie, G.G. 2001. Anthocyanin-rich extract decreases indices of lipid peroxidation and DNA damage in vitamin E depleted rats. Free Rad. Biol. Med. v. 31, n. 9, p. 1033-1037.
- Reineccius, G. A. 1991. Carbohydrates for flavor encapsulation. Food Technology, v. 46, p. 144-152.
- Reineccius, G.A. 2006. Flavor chemistry and technology. 2nd ed. / Gary Reineccius. ed. Boca Raton, Fla.; London: CRC. 489 p. p.
- Samman, S., Lyons Wall, P. M. y Cook, N. C. (1998). Flavonoids and coronary heart disease: Dietary perspectives. In C. A. Rice-Evans & L. Packer (Eds.), Flavonoids in health and disease. New York: Marcel Dekker. 469 – 482.
- Sharma S.; Mulvaney S.; Rizvi S., 2003. Ingeniería de Alimentos, Operaciones Unitarias y prácticas de laboratorio Editorial LimusaWiley, Capítulo12, Pág. 206.
- Souza, C.R.F.; Georgetti, S.R., Salvador, M.J.; Fonseca, M.J.V.; Oliveira, W.P. 2009. Antioxidant activity and physical-chemical

properties of spray and spouted bed dried extracts of *Bauhinia forficata*. Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences. Vol. 45, nº. 2, 209-218 p.

- Ré, M.I. 1998. Microencapsulation by spray drying. Drying Technology 16: 1195 – 1236.
- Red Nacional para el Desarrollo Forestal (REDFOR). 1996. La Tara *Caesalpinia spinosa* alternativa para el desarrollo de la Sierra. Lima – Perú.
- Roos, Y., Karel, M. 1991. Applying state diagrams to food processing and development. Food Technology. Vol. 45, nº. 12, 66-71 p.
- Runha, F.P.; Cordeiro, D.S.; Pereira, C.A.M.; Vilegas, J.; Oliveira, W.P. 2001. Production of dry extracts of medicinal Brazilian plants by spouted bed process: development of the process and evaluation of thermal degradation during drying operation, Transaction Ichem, 79(C), 160-168.
- Santos-Buelga, C., A. Scalbert. 2000. Proanthocyanidins and tannin-like compounds: nature, occurrence, dietary intake and effects on nutrition and health. Journal of the Science of Food and Agriculture.
- Senna, E.L.; Petrovick, P.R.; Ortega, G.G.; Bassani, V.L. 1997. Preparation and characterization of *spray dried* powders from *Achyroclinesatureoides*(Lam) DC extracts. Phytotherapy Research, Vol.11, nº. 2, 123-127 p.

- Shafiur, M. 2003. Manual de Conservación de los Alimentos (1ª.Ed.). (pp. 94, 211-227, 650-652). Zaragoza-España: Editorial Acribia S.A.
- Shahidi, F.; Naczk, M. 1995. Food phenolics. Sources, Chemistry, Effects, Application. Ed. Lancaster, Pennsylvania Technomic, Publishing Company Inc., USA.
- Sotomayor, C. P. G. (2000). Influencia de los Encapsulantes y las Temperaturas de Secado en la Calidad del Camu Camu (*Myrciaria dubia*) Liofilizado. Universidad Nacional Agraria La Molina - UNALM. Facultad de Industrias Alimentarias. (Tesis). Lima-Perú.
- Souza, C.R.F. 2003. Estudo comparativo da produção de extrato seco de *Bauhinia forficata* Link pelos procesos *spray dryer* e leito de jorro. PPGCF-FCFRP/USP, Ribeirão Preto, SP, (Dissertação), 179p.
- Souza, C.R.F.; Oliveira, W.P. 2005. Spouted bed drying of *Bauhinia forficata* Link extract: effect of the position of the feed atomizer and operating conditions on equipment performance and product properties. Brazilian Journal of Chemical Engineering, 22(2), 239-247.
- Srivastava, R., Husain, M., Haslam, K., & Atari, M. 2000. Cancer Lett., 153, 1-5.
- Raghavan, G.S.V.; Orsat, V., 2007. Recent advances in drying of biomaterials for quality of bioproducts. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering, Vol. 2, 20-29 p.

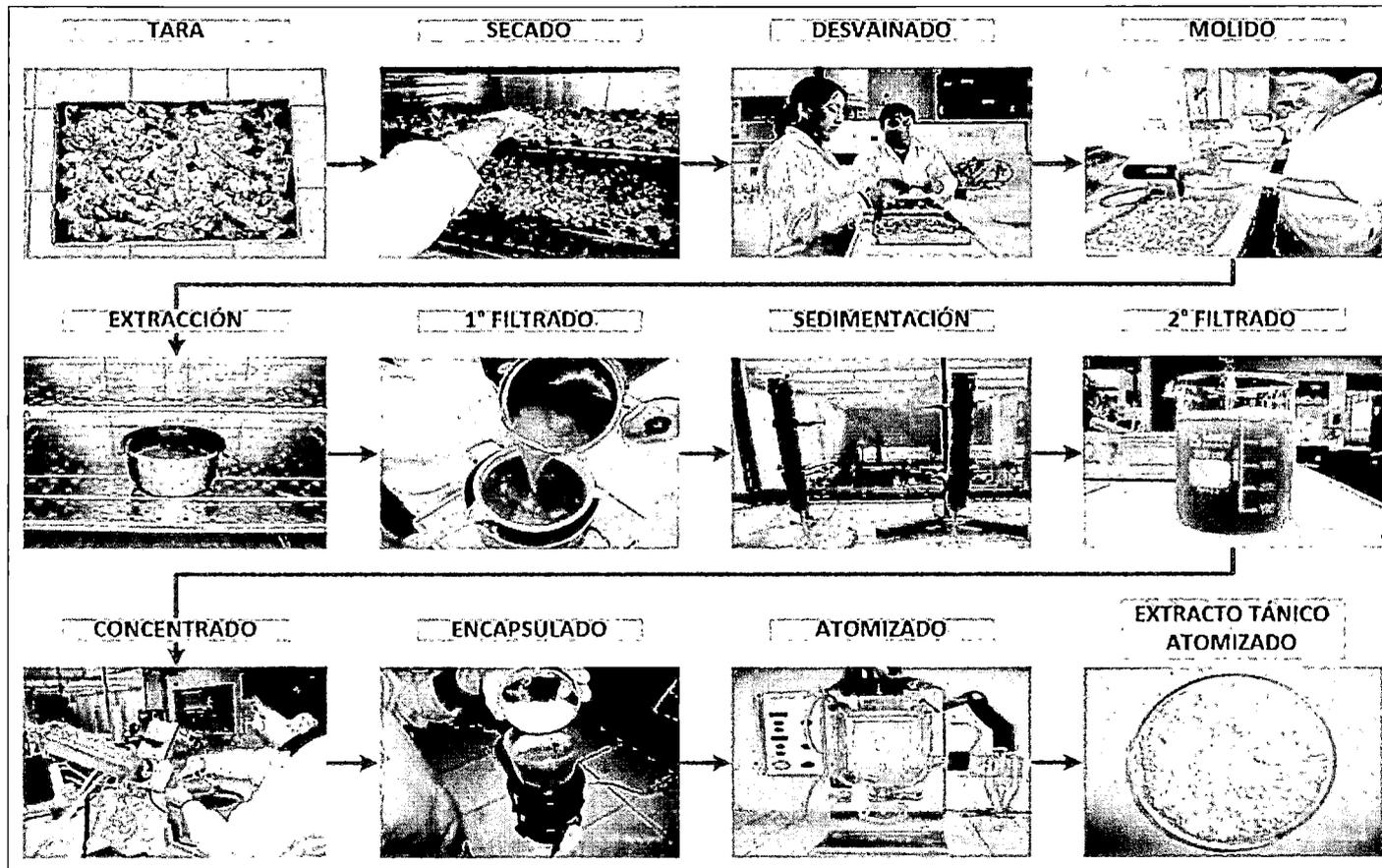
- Remili, H.; Boussard, P.; Devleeschouwer, M. 1994. Microbiological quality of spray-dried pharmaceutical plants extracts, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 1, 265-268 p.
- Tapiero, H., Tew, K.D., NguyenBa, G., y Mathé, G. 2002. *Biomedic Pharmacother*, 56, 200.
- Teixeira, H.F. 1996. Avaliação da influência de adjuvantes farmacêuticos sobre as características físicas, químicas, tecnológicas e farmacológicas de extratos secos nebulizados de *Achyrocline satureioides* (Lam.) DC. Compositae – marcela. PPGCF/UFRGS, Porto Alegre, RS, (Dissertação), 146p.
- Tonon, R.V.; Brabet, C.; Hubinger, M.D. 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*. 88(3), 411-418.
- Tovar, N. 1992. Tanino en polvo a partir de la vaina de Tara. *Revista del INIAA*, v4 (14), 7 p.
- Tsimidou, M. 1998. Polyphenols and quality of virgin olive oil in retrospect. *Ital. J. Food Sci.*; 2 (10):99-116.
- United States Department of Agriculture (USDA). Natural Resources Conservation Service. Plants Profile. *Caesalpinia Spinosa*(Molina) Kuntze. (Fecha de consulta, 06 de Junio 2013). <http://www.plants.usda.gov/java/nameSearch>.

- Verzele, M. (1986), J. Preparative high performance liquid chromatography: "a practical guideline". 362, 363-74.
- Villanueva, C. 2007. "La tara, el oro verde de los Incas para el mundo". Editorial Universidad Agraria La Molina. Lima, Perú. Pp. 9 – 42, 78 y 91 – 96.
- Villar, M. y Villavicencio, O. 2001 Manual de fitoterapia. Lima: Es Salud – OPS; p. 300-302.
- Vrhovsek, U. *et al.*, 2006. *Concentration and mean degree of polymerization of Rubus ellagitannins evaluated by optimized acid methanolysis*. J Agric Food Chem, 54(12): 4469-4475.
- Wendel, S.; Çelik, M. 1998. Umavisão geral sobre o uso da tecnologia de spray-drying. Pharmaceutical Technology, 31-45.
- Yanza, E. 2003 Diseño de un secador por atomización a nivel piloto para jugo concentrado de tomate de árbol. Tesis Pregrado. Universidad Nacional de Colombia.
- Yañez, J., J. Salazar, L. Chaires, J. Jimenez, M. Marquez y E. Ramos. 2002. Aplicaciones biotecnológicas de la microencapsulación. Revista Avance y Perspectiva 21: 313-319.
- Yoshida, T., Ito, H., and Isaza Martínez, J.H., 2005. *Pentameric ellagitannin oligomers in melastomataceous plants—chemotaxonomic significance*. Phytochemistry, 66(17):1972-1983.

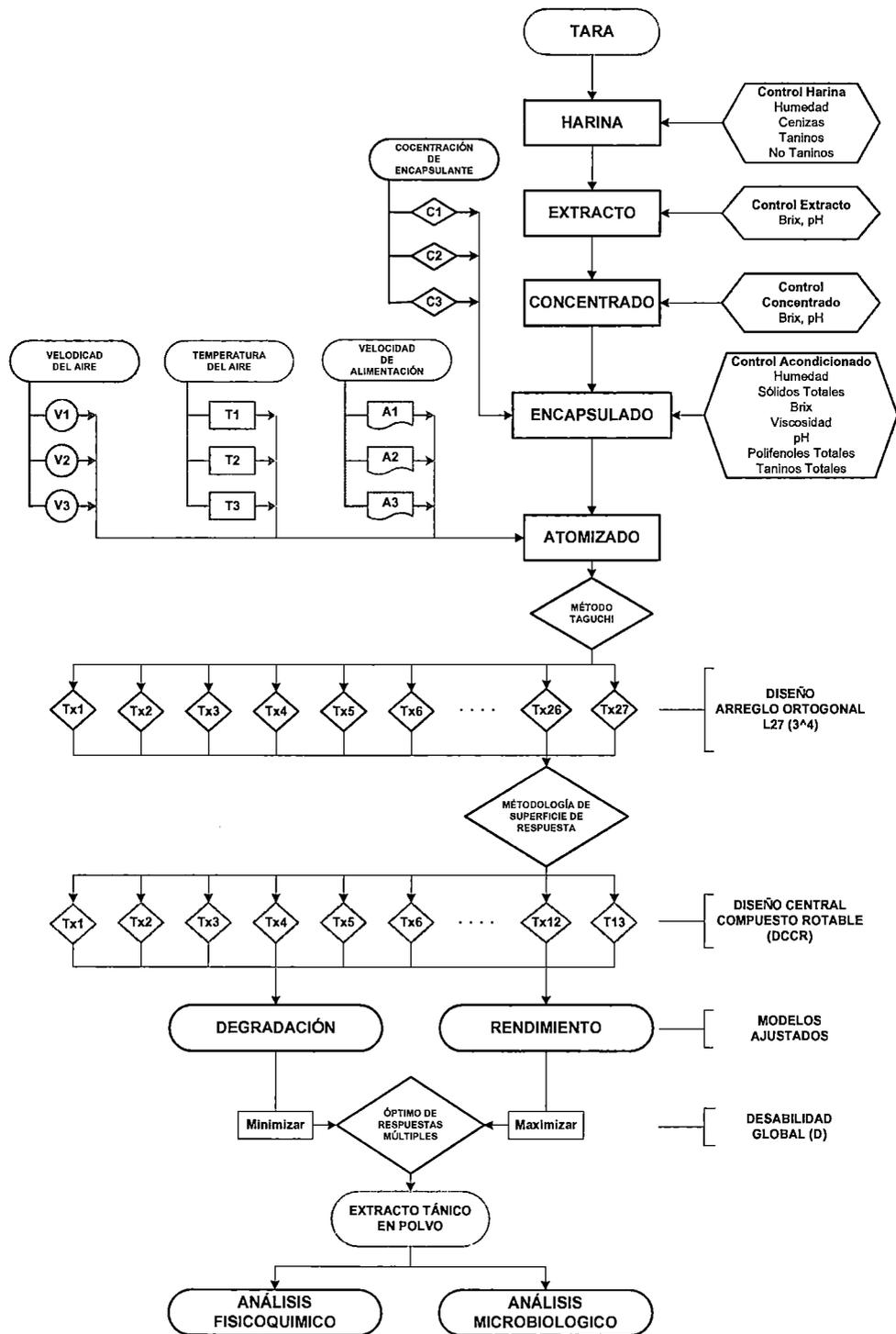
- Zalacain, A. 2001. Estudio de extractos tánicos obtenidos a partir de la hoja de Zumaque (*Rhus Coriaria L.*). Tesis Doctoral. Universidad Castilla - La Mancha.

ANEXOS

Anexos 1. Flujo de proceso de secado por atomización del extracto tánico de tara



Anexo 2. Matriz Experimental para la Optimización del Proceso de Secado por Atomización del Extracto Tánico de Tara



Anexo 3. Datos Técnicos del Equipo Atomizador modelo "M1 Spray

Drier Labtex"



Dimensiones totales WxDxH	540x500x1050mm
Peso Neto	55 KG
Poder Max. de Calentamiento	3000w
Velocidad Max. de soplador m/s	6
Velocidad Max. de Bomba l/h	1.95
Rango de Temperatura	Ambiente hasta 200 °C
Suministro de Energía	240V 1~50Hz
Corriente Max.	10.6 A
Fusible	13 A
Clase de Protección	IP32
Temperatura Min. Ambiente	5 °C
Temperatura Max. Ambiente	32 °C

**Anexo 4. Tratamientos para la determinación de la longitud de onda
máxima**

Tratamiento	Sol. Patrón Ácido. Tánico (0,1mg/ml)	H ₂ O _d	Folin Ciocalteu (1N)	Na ₂ CO ₃ (20%)	Ácido Tánico
	(μ l)	(μ l)	(μ l)	(μ l)	(μ g)
Blanco	0	1250	625	3125	0
1	50	1200	625	3125	5

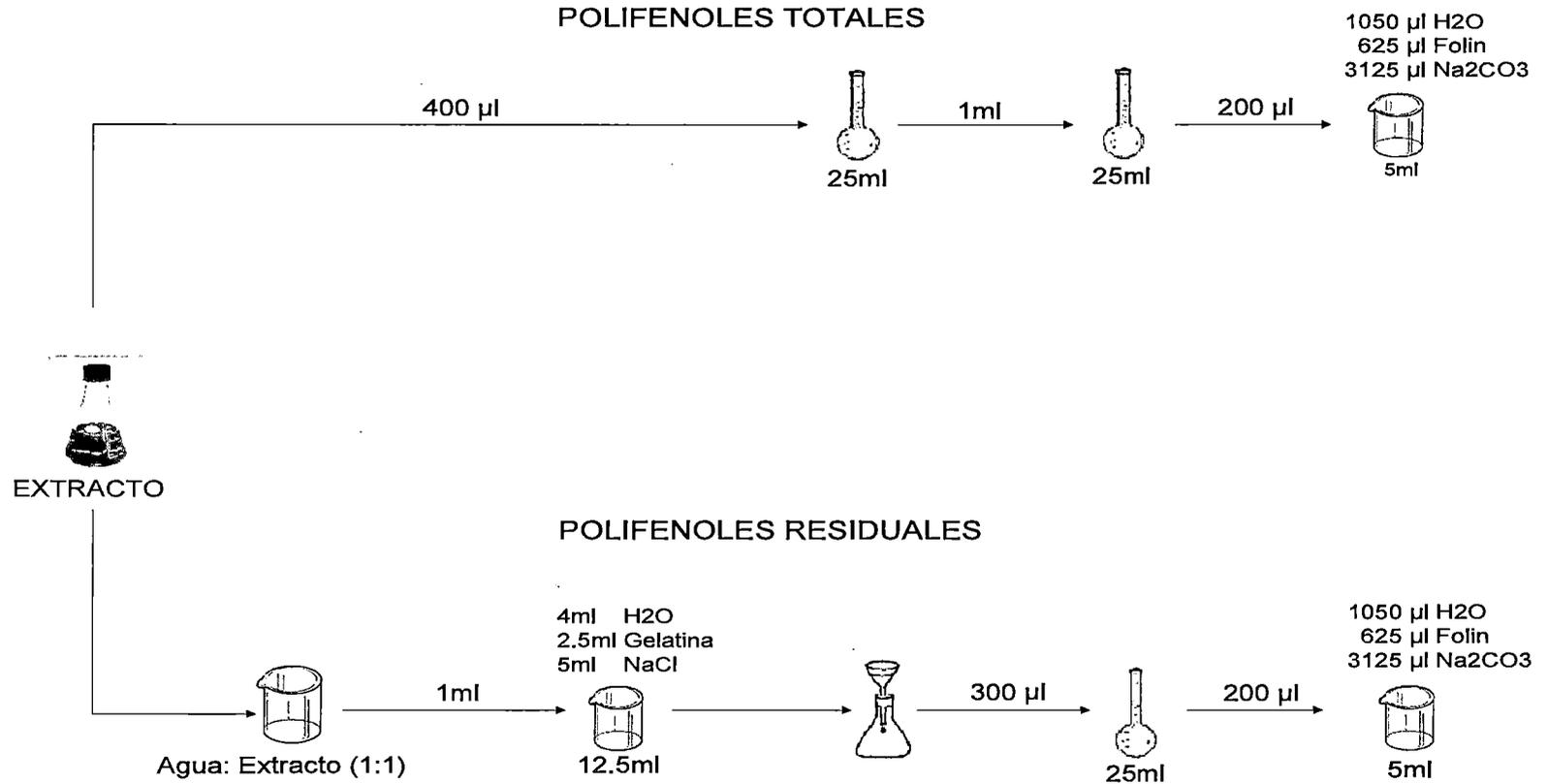
**Anexo 5. Concentración de los reactivos para la construcción de la
Curva de Calibración de los Polifenoles Totales**

Tratamiento	Sol. Patrón Ácido Tánico (0,1mg/ml)	H ₂ O _d	Folin Ciocalteu (1N)	Na ₂ CO ₃ (20%)	Ácido Tánico
	(μ l)	(μ l)	(μ l)	(μ l)	(μ g)
Blanco	0	1250	625	3125	0
1	50	1200	625	3125	5
2	100	1150	625	3125	10
3	150	1100	625	3125	15
4	200	1050	625	3125	20
5	250	1000	625	3125	25
6	300	950	625	3125	30
7	350	900	625	3125	35
8	400	850	625	3125	40

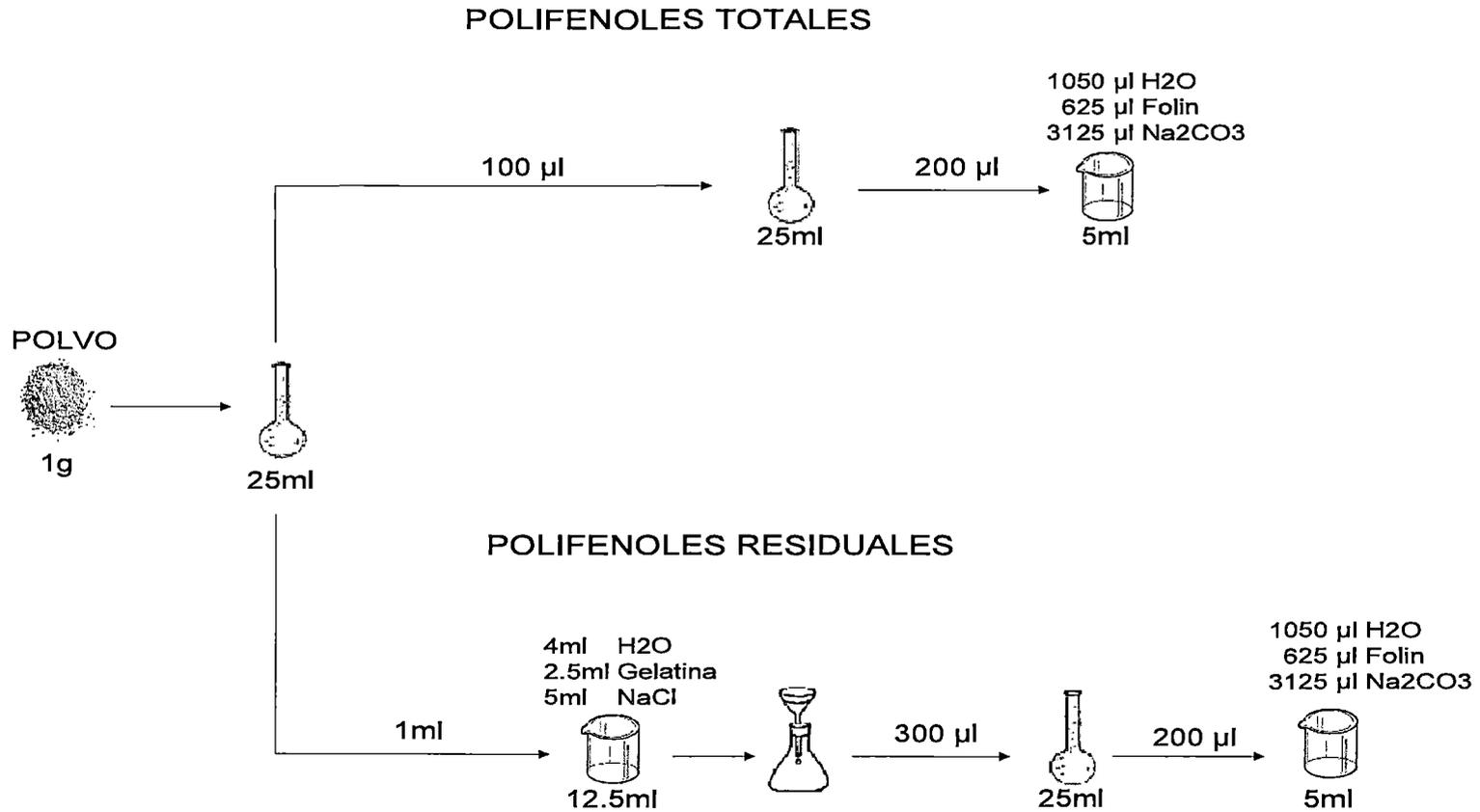
**Anexo 6. Concentración de los reactivos para la construcción de la
Curva de Calibración de Polifenoles Residuales**

Tratamiento	Sol. Patrón Ácido Tánico (0,01mg/ml)	H₂O_d	Folin Ciocalteu (1N)	Na₂CO₃ (20%)	Ácido Tánico
	(μl)	(μl)	(μl)	(μl)	(μg)
Blanco	0	1250	625	3125	0,0
1	50	1200	625	3125	0,5
2	100	1150	625	3125	1,0
3	150	1100	625	3125	1,5
4	200	1050	625	3125	2,0
5	250	1000	625	3125	2,5
6	300	950	625	3125	3,0
7	350	900	625	3125	3,5
8	400	850	625	3125	4,0

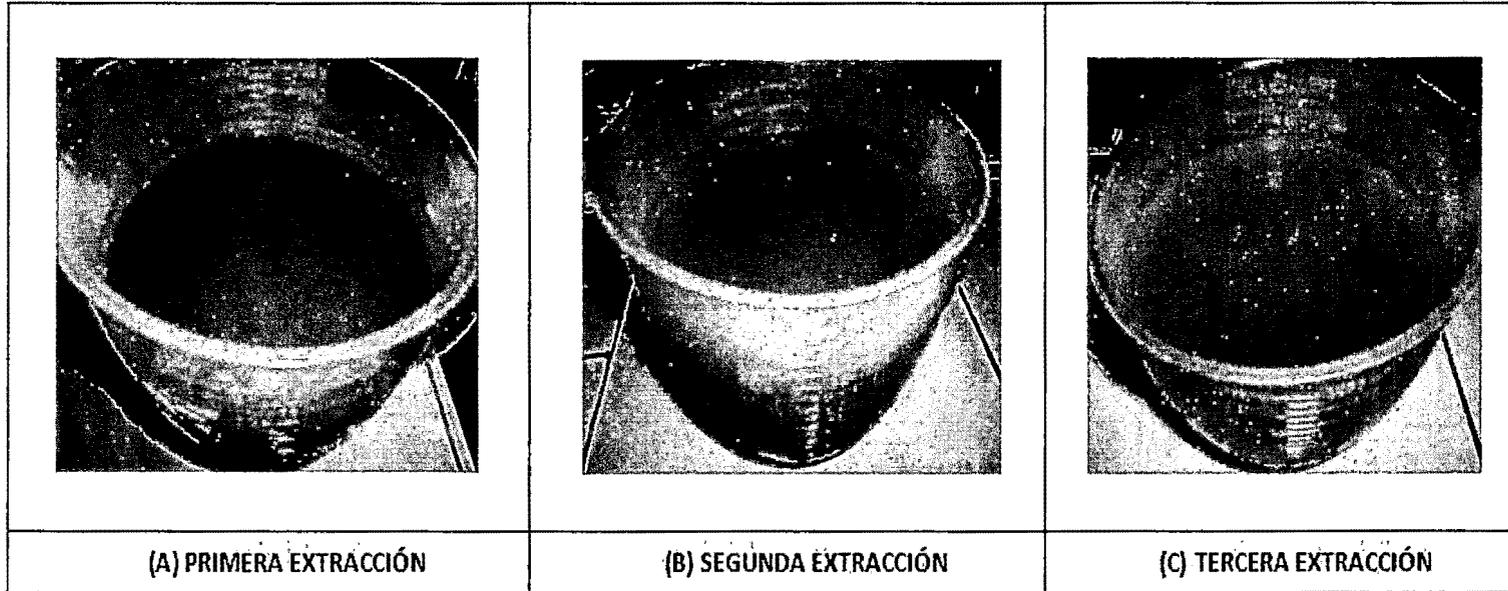
Anexo7. Diluciones y reacciones para la determinación de los polifenoles de las muestras en forma de extracto



Anexo 8. Diluciones y reacciones para la determinación de los polifenoles de las muestras en forma de polvo



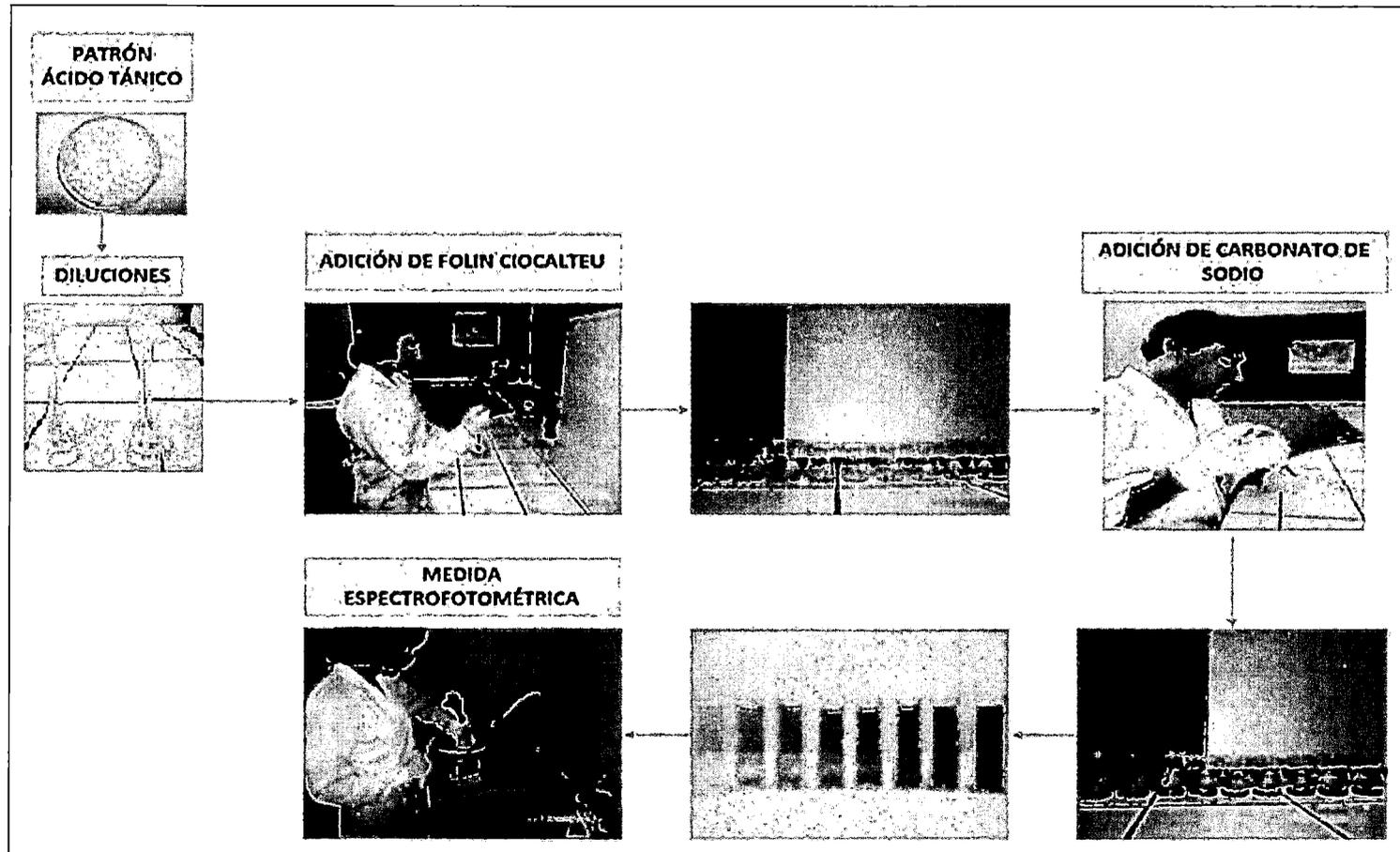
Anexo 9. Fotografías de las extracciones obtenidas en el proceso de extracción de Taninos de Tara



**Anexo 10. Lecturas de absorción por triplicado para la
construcción de la Curva Espectral de máxima absorción para
Polifenoles Totales**

Longitud de Onda (λ) (nm)	Absorbancia			
	1°R	2°R	3°R	Promedio
690	0,090	0,081	0,099	0,090
705	0,092	0,083	0,101	0,092
720	0,093	0,086	0,105	0,095
735	0,097	0,087	0,107	0,097
750	0,099	0,090	0,108	0,099
765	0,100	0,089	0,110	0,100
780	0,099	0,089	0,109	0,099
795	0,097	0,086	0,105	0,096

Anexo 11. Flujo para la Construcción de las Curvas de Calibración



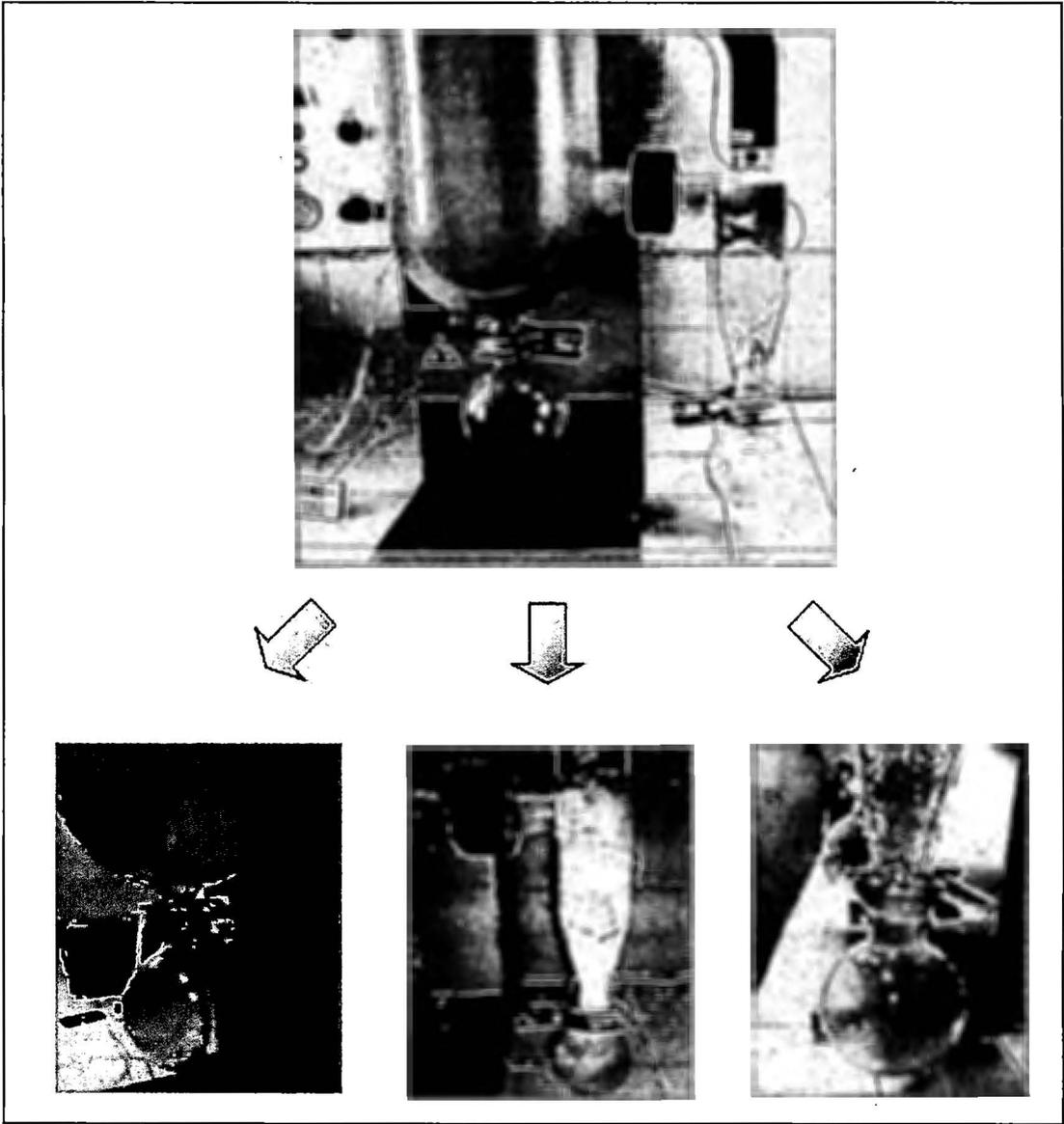
**Anexo 12. Lecturas de absorción por triplicado para la construcción
de la Curva de Calibración para Polifenoles Totales**

Tratamiento	Concentración (mg Ac. Tánico/g muestra bs)	Absorbancia			
		1ºR	2ºR	3ºR	Promedio
Blanco	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Tx1	0,004	0,109	0,107	0,108	0,108
Tx2	0,008	0,194	0,196	0,195	0,195
Tx3	0,012	0,293	0,290	0,295	0,293
Tx4	0,016	0,383	0,384	0,382	0,383
Tx5	0,020	0,491	0,494	0,493	0,493
Tx6	0,024	0,568	0,571	0,570	0,570
Tx7	0,028	0,689	0,689	0,691	0,690
Tx8	0,032	0,766	0,762	0,765	0,764

**Anexo 13. Lecturas de absorción por triplicado para la construcción
de la Curva de Calibración para Polifenoles Residuales**

Tratamiento	Concentración (mg Ac. Tánico/g muestra bs)	Absorbancia			
		1°R	2°R	3°R	Promedio
Blanco	0,0000	0,000	0,000	0,000	0,000
Tx1	0,0004	0,007	0,008	0,010	0,008
Tx2	0,0008	0,018	0,017	0,015	0,016
Tx3	0,0012	0,023	0,026	0,027	0,025
Tx4	0,0016	0,034	0,032	0,036	0,034
Tx5	0,0020	0,047	0,043	0,045	0,045
Tx6	0,0024	0,057	0,054	0,055	0,055
Tx7	0,0028	0,067	0,064	0,066	0,066
Tx8	0,0032	0,075	0,072	0,074	0,074

**Anexo 14. Fotografías de la presencia de los fenómenos de adhesión
y cohesión durante las Pruebas Preliminares**



**Anexo 15. Caracterización Fisicoquímica del Extracto Tánico
alimentado al secador según tratamiento en el Diseño Experimental
de Taguchi**

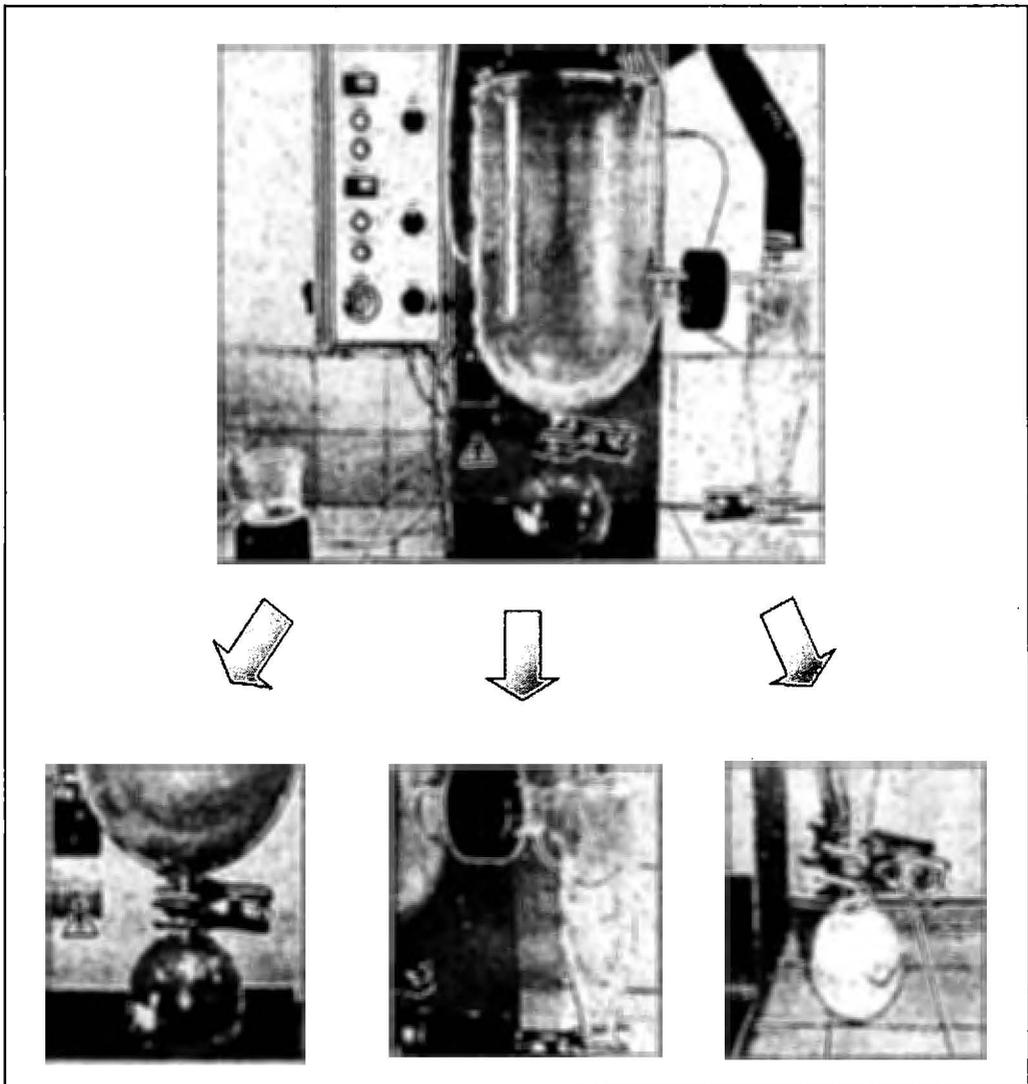
Tratamiento	Humedad (%)	Sólidos Totales (%)	Sólidos Solubles (°Brix)	pH	Densidad (g/cm ³)	Viscosidad (cP)
1	81,77	18,23	16,97	3,59	1,06	5,28
2	78,65	21,35	20,13	3,52	1,07	6,45
3	75,34	24,66	23,37	3,49	1,08	11,04
4	78,38	21,62	20,23	3,60	1,06	6,79
5	75,36	24,64	23,33	3,54	1,08	11,31
6	81,85	18,15	17,10	3,58	1,05	5,40
7	75,36	24,64	23,47	3,58	1,08	11,55
8	81,52	18,48	17,40	3,53	1,06	5,24
9	78,61	21,39	20,03	3,70	1,07	7,06
10	78,45	21,55	20,30	3,66	1,07	6,87
11	75,37	24,63	23,43	3,65	1,08	10,97
12	81,52	18,48	17,23	3,61	1,05	5,27
13	75,73	24,27	23,27	3,63	1,08	11,08
14	81,69	18,31	17,10	3,59	1,05	5,35
15	78,62	21,38	20,07	3,60	1,06	6,78
16	81,49	18,51	17,30	3,56	1,05	5,41
17	78,45	21,55	20,23	3,62	1,07	6,66
18	75,44	24,56	23,43	3,56	1,08	11,20
19	75,46	24,54	23,23	3,57	1,09	11,46
20	81,49	18,51	17,37	3,52	1,05	4,99
21	78,49	21,51	20,13	3,56	1,07	7,07
22	81,70	18,30	17,33	3,55	1,05	4,86
23	78,93	21,07	19,97	3,58	1,07	8,15
24	75,57	24,43	23,37	3,56	1,09	11,53
25	78,55	21,45	20,07	3,65	1,07	7,04
26	75,43	24,57	23,33	3,60	1,08	11,22
27	81,48	18,52	17,40	3,61	1,06	5,42

Anexo 16. Registro del rendimiento obtenido por triplicado del extracto tánico atomizado de Tara de acuerdo al Diseño Experimental de Taguchi con arreglo ortogonal L27(34)

RENDIMIENTO DEL EXTRACTO TÁNICO ATOMIZADO DE TARA (%)													
FACTORES					1° Repetición			2° Repetición			3° Repetición		
Corrida					Extracto	Polvo	Rendimiento	Extracto	Polvo	Rendimiento	Extracto	Polvo	Rendimiento
	A	B	C	D	(g bs)	(g bs)	(%)	(g bs)	(g bs)	(%)	(g bs)	(g bs)	(%)
1	1	1	1	1	16,69	0,71	4,23	15,38	0,71	4,61	17,12	0,90	5,23
2	1	1	2	2	23,94	1,21	5,07	23,46	1,20	5,13	24,97	1,63	6,54
3	1	1	3	3	31,24	1,01	3,24	32,47	0,96	2,95	32,91	0,73	2,21
4	1	2	1	2	24,07	11,67	48,48	25,52	12,16	47,63	25,45	12,67	49,78
5	1	2	2	3	31,95	17,85	55,87	33,23	19,01	57,19	32,16	18,40	57,22
6	1	2	3	1	18,74	1,88	10,03	18,73	1,78	9,52	19,71	1,73	8,77
7	1	3	1	3	31,47	17,68	56,18	34,08	18,52	54,34	32,34	17,77	54,93
8	1	3	2	1	18,21	6,23	34,23	18,94	6,43	33,95	19,08	6,19	32,44
9	1	3	3	2	25,48	6,55	25,72	24,68	6,87	27,83	25,24	6,84	27,12
10	2	1	1	2	22,86	2,05	8,96	24,25	1,74	7,18	23,36	1,84	7,89

11	2	1	2	3	26,94	2,77	10,27	27,84	2,79	10,02	27,99	2,48	8,87
12	2	1	3	1	22,24	0,41	1,84	18,91	0,51	2,71	21,18	0,63	2,98
13	2	2	1	3	27,85	13,97	50,16	31,85	15,87	49,84	27,79	13,43	48,32
14	2	2	2	1	18,14	6,67	36,74	19,85	7,08	35,64	18,52	6,59	35,56
15	2	2	3	2	21,89	5,29	24,17	21,04	5,17	24,60	20,69	4,73	22,87
16	2	3	1	1	17,50	8,04	45,95	17,64	8,43	47,82	18,18	8,58	47,20
17	2	3	2	2	26,69	14,68	54,98	27,47	15,14	55,09	26,66	15,00	56,28
18	2	3	3	3	32,29	7,07	21,88	27,85	6,16	22,13	33,32	6,71	20,13
19	3	1	1	3	32,96	1,56	4,73	33,28	2,16	6,48	32,12	1,94	6,04
20	3	1	2	1	17,21	0,68	3,94	18,51	0,53	2,86	17,59	0,52	2,95
21	3	1	3	2	25,46	0,45	1,76	25,12	0,68	2,71	23,55	0,77	3,27
22	3	2	1	1	20,59	9,32	45,24	21,29	9,37	44,03	20,89	9,63	46,12
23	3	2	2	2	23,07	12,59	54,56	24,38	13,09	53,70	22,75	11,93	52,42
24	3	2	3	3	32,62	2,24	6,87	32,64	2,40	7,35	31,80	2,65	8,34
25	3	3	1	2	21,63	10,57	48,87	20,76	9,90	47,71	21,12	10,03	47,51
26	3	3	2	3	32,81	18,42	56,14	34,07	19,47	57,14	32,06	18,32	57,15
27	3	3	3	1	22,57	3,04	13,47	24,13	3,22	13,33	22,52	2,63	11,66

**Anexo 17. Mejoramiento del Rendimiento del extracto tánico
atomizado empleando el Método Taguchi**



**Anexo 18. Caracterización Fisicoquímica del Extracto Tánico
alimentado al secador según tratamiento en el DCCR de la
Metodología de Superficie de Respuesta**

Tratamiento	Humedad (%)	Sólidos Totales (%)	Sólidos Solubles (°Brix)	pH	Densidad (g/cm³)	Viscosidad (cP)
1	79,57	20,43	19,17	3,53	1,06	5,87
2	79,58	20,42	19,27	3,58	1,06	5,91
3	76,30	23,70	22,67	3,42	1,08	8,28
4	76,18	23,82	22,77	3,49	1,08	8,22
5	78,50	21,50	20,30	3,58	1,07	6,77
6	78,31	21,69	20,40	3,56	1,06	6,98
7	81,80	18,20	17,60	3,55	1,06	5,72
8	75,33	24,67	22,90	3,59	1,08	9,71
9	78,37	21,63	20,37	3,63	1,07	7,04
10	78,72	21,28	20,07	3,61	1,07	7,04
11	78,41	21,59	20,33	3,60	1,07	6,99
12	78,32	21,68	20,40	3,52	1,07	7,01
13	78,72	21,28	20,07	3,58	1,07	6,99

Anexo 19. Resultados para el rendimiento del producto final según el DCCR de la Metodología de Superficie de

Respuesta

Tratamiento	Factores		RENDIMIENTO DEL PRODUCTO FINAL (%)								
			1° Réplica			2° Réplica			3° Réplica		
	A	B	E.T.L (g bs)	E.T.A (g bs)	Rendimiento (%)	E.T.L (g bs)	E.T.A (g bs)	Rendimiento (%)	E.T.L (g bs)	E.T.A (g bs)	Rendimiento (%)
1	140,00	10,00	22,18	12,48	56,25	22,75	12,68	55,76	22,86	12,95	56,67
2	180,00	10,00	21,72	12,70	58,46	23,64	13,73	58,09	26,06	15,01	57,59
3	140,00	40,00	29,91	16,83	56,29	28,53	16,30	57,15	26,03	14,78	56,76
4	180,00	40,00	29,73	17,91	60,26	29,53	17,56	59,46	27,88	16,30	58,45
5	131,72	25,00	25,37	13,92	54,87	27,73	15,47	55,79	29,10	16,12	55,38
6	188,28	25,00	23,41	13,78	58,88	24,86	14,54	58,48	23,86	13,84	57,99
7	160,00	3,79	17,75	10,03	56,49	17,22	9,88	57,35	20,41	11,63	56,99
8	160,00	46,21	33,91	20,16	59,45	30,02	17,59	58,58	25,61	14,74	57,57
9	160,00	25,00	24,49	14,51	59,27	25,44	15,31	60,18	29,71	17,76	59,79
10	160,00	25,00	25,95	15,47	59,60	29,74	17,41	58,55	27,56	16,66	60,46
11	160,00	25,00	26,04	15,55	59,70	29,88	18,10	60,58	29,84	18,01	60,35
12	160,00	25,00	25,39	15,18	59,78	26,91	15,95	59,26	27,05	16,28	60,19
13	160,00	25,00	25,94	15,32	59,09	27,99	16,79	59,99	29,30	17,46	59,59

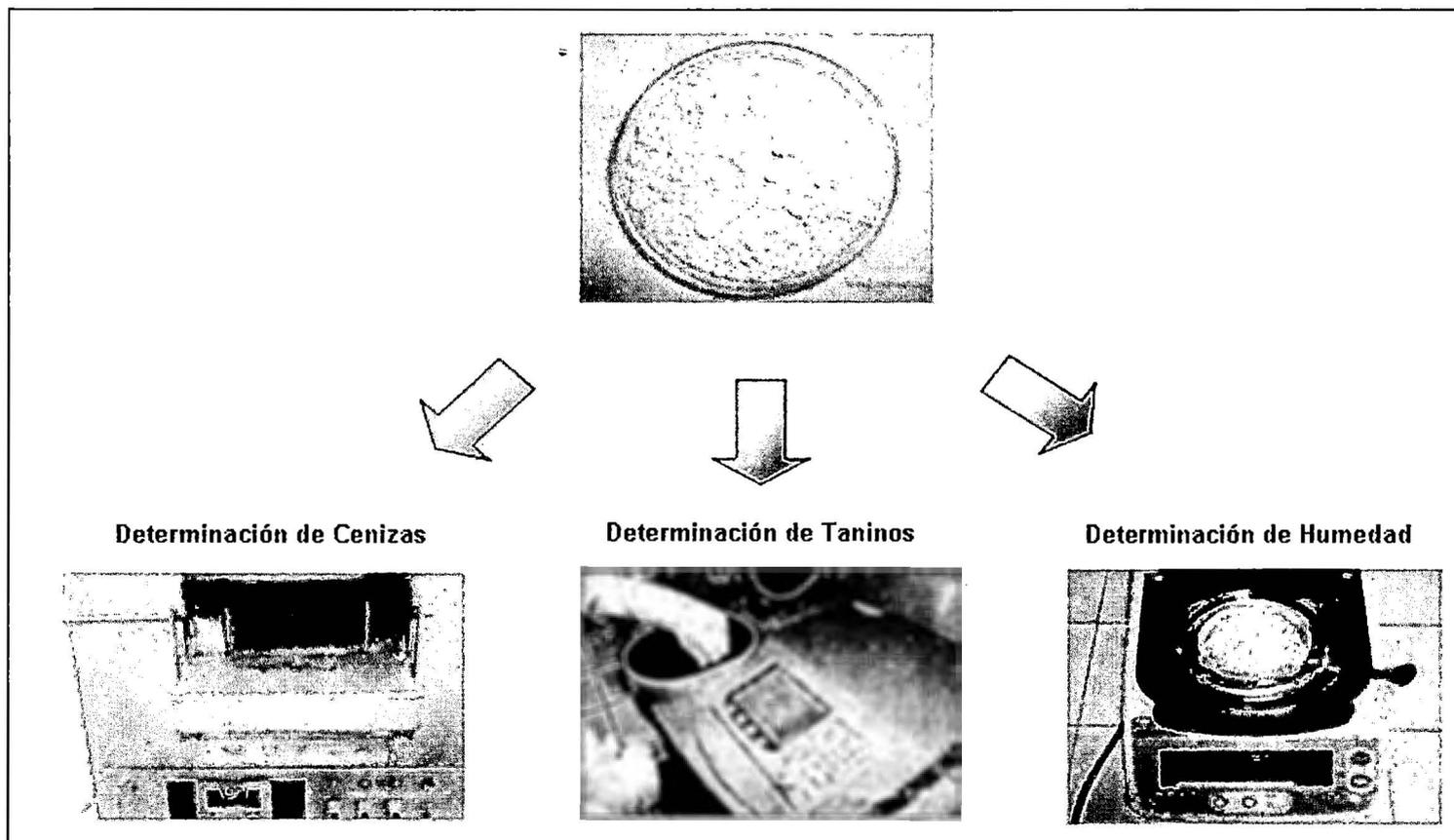
E.T.L: Extracto Tánico Líquido, **E.T.A:** Extracto Tánico Atomizado.

**Anexo 20. Resultados para la Degradación térmica de taninos según el DCCR de la Metodología de Superficie de
Respuesta**

Tratamiento	Factores		DEGRADACIÓN TÉRMICA DE TANINOS (%)								
			1° Réplica			2° Réplica			3° Réplica		
	A	B	E.T.L (mg Ác. Tánico/g muestra bs)	E.T.A (mg Ác. Tánico/g muestra bs)	D.T (%)	E.T.L (mg Ác. Tánico/g muestra bs)	E.T.A (mg Ác. Tánico/g muestra bs)	D.T (%)	E.T.L (mg Ác. Tánico/g muestra bs)	E.T.A (mg Ác. Tánico/g muestra bs)	D.T (%)
1	140,00	10,00	560,93	525,09	6,39	572,86	531,84	7,16	552,52	516,44	6,53
2	180,00	10,00	556,25	405,06	27,18	581,14	430,57	25,91	565,87	403,52	28,69
3	140,00	40,00	546,15	528,84	3,17	552,64	536,67	2,89	559,15	539,36	3,54
4	180,00	40,00	568,19	510,29	10,19	583,24	518,33	11,13	588,19	524,55	10,82
5	131,72	25,00	560,38	519,14	7,36	545,27	517,24	5,14	548,92	530,26	3,4
6	188,28	25,00	561,44	421,75	24,88	567,12	411,84	27,38	580,17	448,82	22,64
7	160,00	3,79	567,41	458,47	19,20	554,36	467,49	15,67	579,89	482,12	16,86
8	160,00	46,21	542,29	524,88	3,21	552,29	531,69	3,73	539,28	523,53	2,92
9	160,00	25,00	558,98	505,77	9,52	543,98	477,02	12,31	562,62	502,59	10,67
10	160,00	25,00	561,42	500,39	10,87	560,64	495,61	11,60	558,46	507,53	9,12
11	160,00	25,00	559,99	506,06	9,63	578,36	529,60	8,43	549,34	483,97	11,9
12	160,00	25,00	550,28	488,43	11,24	567,14	514,17	9,34	549,36	490,41	10,73
13	160,00	25,00	553,37	493,66	10,79	543,18	495,00	8,87	547,82	496,22	9,42

E.T.L: Extracto Tánico Líquido, E.T.A: Extracto Tánico Atomizado, D.T: Degradación de Taninos.

Anexo 21. Fotografías tomadas durante la caracterización fisicoquímica del extracto tánico atomizado de Tara obtenidos bajo condiciones óptimas



Anexo 22. Fotografías tomadas del flujo seguido para caracterización microbiológica del extracto tánico atomizado de Tara obtenido bajo condiciones óptimas

