



UNIVERSIDAD  
**NACIONAL**  
DE COLOMBIA

# **Encapsulación de jugos de agraz en micropartículas de maltodextrina y goma arábiga mediante liofilización y secado por atomización**

**Mauren Rocio Estupiñan Amaya**

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ciencias Agrarias

Bogotá D.C., Colombia

2022

# **Encapsulación de jugos de agraz en micropartículas de maltodextrina y goma arábiga mediante liofilización y secado por atomización**

**Mauren Rocio Estupiñan Amaya**

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:  
**Magister en Ciencia y Tecnología de Alimentos**

Director:

Alex Fernando López Córdoba, Ph.D.

Codirector:

Carlos Alberto Fuenmayor Bobadilla, Ph.D.

Línea de Investigación:

Procesamiento de alimentos

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ciencias Agrarias

Bogotá D.C., Colombia

2022

*Dedicado a Fernandito*

## Declaración de obra original

Yo declaro lo siguiente:

He leído el Acuerdo 035 de 2003 del Consejo Académico de la Universidad Nacional. «Reglamento sobre propiedad intelectual» y la Normatividad Nacional relacionada al respeto de los derechos de autor. Esta disertación representa mi trabajo original, excepto donde he reconocido las ideas, las palabras, o materiales de otros autores.

Cuando se han presentado ideas o palabras de otros autores en esta disertación, he realizado su respectivo reconocimiento aplicando correctamente los esquemas de citas y referencias bibliográficas en el estilo requerido.

He obtenido el permiso del autor o editor para incluir cualquier material con derechos de autor (por ejemplo, Tablas, Figuras, instrumentos de encuesta o grandes porciones de texto).

Por último, he sometido esta disertación a la herramienta de integridad académica, definida por la universidad.



Nombre: Mauren Rocio Estupiñan Amaya

Fecha 22/11/2021

## **Agradecimientos**

A Dios por tantas bendiciones recibidas y a mi familia por su comprensión y apoyo para hacer posible este trabajo.

Al profesor Alex Fernando López Córdoba, mi director; por darme la oportunidad de trabajar en el proyecto, por compartir conmigo su conocimiento y experiencia, por su profesionalismo y calidad humana.

Al profesor Carlos Alberto Fuenmayor Bobadilla, mi codirector; por su contribución para mi formación como Magister en Alimentos, procurando siempre la mejora continua y por sus valiosos aportes durante el desarrollo del trabajo.

A MINCIENCIAS, la Gobernación de Boyacá y el programa Colombia Bio por la financiación del proyecto a través de los recursos provenientes del Fondo de Ciencia, Tecnología e Innovación del Sistema General de Regalías, administrados por el Fondo Nacional de Financiamiento para la Ciencia, la Tecnología y la innovación “Francisco José de Caldas”.

A la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia UPTC por gestionar la ejecución del proyecto y facilitar las instalaciones, equipos y materiales para llevar a cabo el trabajo experimental, a pesar de la situación sanitaria atravesada.

A la Universidad Nacional de Colombia UNAL, a todo el personal docente y administrativo del Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos ICTA por su apoyo para hacer posible el proyecto y por ser mi alma mater. Al profesor Luis Felipe Gutiérrez por sus enseñanzas y por facilitar el equipo FTIR.

A mis compañeros del laboratorio de postcosecha de la UPTC, especialmente a Carolina Medina por sus aportes en el análisis FTIR, a Nelson Franco, Rosa Quintero y Andrés Ramírez; a mi compañera del laboratorio de posgrado de la UNAL, Cristina Lizarazo. Por su colaboración en la ejecución de las actividades diarias y por su grata compañía.

# Resumen

## **Encapsulación de jugos de agraz en micropartículas de maltodextrina y goma arábica mediante liofilización y secado por atomización**

El agraz (*Vaccinium meridionale* Swartz) es un arbusto que crece de forma silvestre en los Andes Sudamericanos entre los 2300 y 3300 m.s.n.m. En Colombia, esta planta se encuentra principalmente en los departamentos de Antioquia, Cundinamarca y Boyacá. El fruto de agraz es considerado una fuente de compuestos bioactivos (ej. Antocianinas, flavonoides y ácidos fenólicos) capaces de reducir el riesgo de aparición de enfermedades crónicas. Sin embargo, estos compuestos presentan una baja estabilidad química, por lo que sus aplicaciones a nivel industrial son limitadas.

En el presente trabajo se desarrollaron jugos de agraz en polvo mediante liofilización y secado por atomización, empleando maltodextrina (MD) y/o goma arábica (GA) como agentes encapsulantes.

Los polvos obtenidos se caracterizaron en términos de su actividad de agua, contenido de humedad, solubilidad en agua, color, fluidez, morfología, conformación química, contenido de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales, actividad antioxidante (DPPH•) y eficiencia de encapsulación de compuestos bioactivos. En general, los polvos obtenidos mediante las dos tecnologías mostraron eficiencias de encapsulación de polifenoles superiores a 64% y de retención de antocianinas monoméricas totales mayores a 66%, baja actividad acuosa (<0.5), alta solubilidad en agua (>91%) y buena fluidez (ángulo de reposo <37°).

En el caso de los polvos obtenidos a partir de mezclas de jugo de agraz con diferentes concentraciones de maltodextrina (20, 30, 40 y 50%), se observó que a medida que aumentaba la concentración de maltodextrina, el contenido de polifenoles totales, de antocianinas monoméricas totales y la actividad antioxidante disminuyeron significativamente, en cambio la eficiencia de encapsulación de polifenoles totales se incrementaba. En todos los casos se obtuvieron porcentajes de retención de compuestos

fenólicos superiores al 70% y eficiencias de encapsulación de antocianinas superiores al 66%, siendo los polvos con 50% y 30% de maltodextrina, respectivamente, los que presentaron los porcentajes de retención más altos.

Los polvos de jugo de agraz con goma arábica y mezclas de maltodextrina y goma arábica obtenidos mediante liofilización presentaron contenidos más bajos de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales que los polvos de jugo de agraz con solo maltodextrina. La eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos fue superior para las muestras en las cuales se utilizaron los dos materiales encapsulantes por separado (~81%). Mientras que la eficiencia de encapsulación de antocianinas fue la más baja (71%) para la muestra en la cual se utilizó como material encapsulante la mezcla de maltodextrina y goma arábica en iguales proporciones.

Con respecto a los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante secado por atomización, la muestra con maltodextrina y goma arábica en iguales proporciones presentó los valores más altos de: contenido de polifenoles totales ( $5.7 \pm 0.09$  mgEAG/g), actividad antioxidante ( $2.5 \pm 0.02$  mgEAG/g) y eficiencia de encapsulación de polifenoles (87%). Mientras que la muestra que utilizó únicamente maltodextrina presentó el mayor contenido de antocianinas monoméricas totales ( $0.9 \pm 0.02$  mgC3G/g) y la más alta eficiencia de encapsulación de antocianinas (96%).

La utilización de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización como ingredientes de bebidas hidratantes, permitieron obtener productos en tonalidades rojizas e incrementaron el contenido de polifenoles y de antocianinas monoméricas totales de las mismas. Las bebidas con polvo de jugo de agraz liofilizado presentaron los mayores contenidos de polifenoles totales (~119 mgEAG/100 mL) y de actividad antioxidante (~57 mgEAG/100 mL). Finalmente, las bebidas con polvo de jugo agraz obtenido mediante secado por atomización mostraron los contenidos más altos de antocianinas monoméricas totales (~3 mgC3G/100 mL).

**Palabras clave:** Agraz, antocianinas; compuestos bioactivos; colorantes; jugos de fruta; polifenoles.

# Abstract

## **Andean blueberry juice encapsulation in microparticles of maltodextrin and gum Arabic by freeze drying and spray drying**

Andean blueberry (*Vaccinium meridionale* Swartz) is a wild shrub that grows in the Andean region of South America at 2300-3300 m above sea level (m.a.s.l). In Colombia, the shrub is mainly located in the regions of Antioquia, Cundinamarca, and Boyacá. The Andean blueberry fruit is considered a source of bioactive compounds (eg anthocyanins, flavonoids and phenolic acids) which have been capable for reducing chronic diseases risk. However, bioactive compounds have low chemical stability, so Andean blueberry industrial applications are limited.

In the present work, Andean blueberry juice powders were developed, using freeze drying and spray drying techniques, with maltodextrin (MD) and / or gum Arabic (GA) as encapsulating agents.

The powders obtained were characterized in terms of their water activity, moisture content, water solubility, color, flow properties, morphology, chemical conformation, polyphenols content, anthocyanins content, scavenging capacity (DPPH•) and bioactive compounds recovery. In general terms, the powders obtained by the two technologies showed polyphenols recovery higher than 64% and monomeric anthocyanins recovery higher than 66%, low water activity (<0.5), high solubility (> 91%) and good flow properties (angle of repose <37°).

In the case of powders obtained from mixtures of Andean blueberry juice with different maltodextrin concentrations (20, 30, 40 and 50%) by freeze drying, increased maltodextrin content resulted in significantly decreased of total polyphenols, total anthocyanins content and scavenging capacity, however, the polyphenols recovery increased. In all cases, phenolic compounds showed recovery higher than 70% and anthocyanins showed

recovery higher than 66%, with the highest recovery obtained in powders with 50% and 30% maltodextrin, respectively.

The Andean blueberry juice powders with gum Arabic and maltodextrin/gum Arabic mixtures obtained by freeze drying had lower contents of total polyphenols and total anthocyanins than powders of Andean blueberry with only maltodextrin. The polyphenols recovery was highest for the samples in which the two encapsulating materials were used separately (~ 81%). While the anthocyanin recovery was lowest (71%) for the sample with maltodextrin/gum Arabic mixture in equal proportions.

With respect to Andean blueberry juice powders obtained by spray drying, the sample with maltodextrin/gum Arabic mixture in equal proportions presented the highest values of total polyphenols content ( $5.7 \pm 0.09$  mgEAG/g), scavenging capacity ( $2.5 \pm 0.02$  mgEAG/g) and phenolics recovery (87%). While the sample that used only maltodextrin was the highest monomeric anthocyanins content ( $0.9 \pm 0.02$  mgC3G/g) and the highest anthocyanins recovery (96%).

The use of Andean blueberry juice powders with maltodextrin and / or gum Arabic obtained by freeze drying and spray drying as drinks ingredients, allowed the obtention of beverages in reddish tones with increased polyphenols and monomeric anthocyanins contents. Drinks with freeze drying Andean blueberry juice powder had the highest polyphenol content (~ 119 mgEAG/100 mL) and scavenging capacity (~ 57 mgEAG/100 mL). Finally, the beverages with spray drying Andean blueberry juice powder showed the highest anthocyanins content (~ 3 mgC3G/100 mL).

**Keywords: Anthocyanins; bioactive compounds; colorants; fruit juices; polyphenols; wild blueberry.**

# Contenido

	Pág.
<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>3</b>
Objetivo general.....	3
Objetivos específicos.....	3
<b>1 Capítulo I. MARCO TEÓRICO .....</b>	<b>5</b>
1.1. Agraz.....	5
1.2 Microencapsulación.....	8
1.2.1 Materiales encapsulantes .....	10
▪ Maltodextrina .....	11
▪ Goma arábica.....	12
1.2.2 Tecnologías de encapsulación.....	13
▪ Extrusión.....	13
▪ Coacervación.....	14
▪ Electrospinning .....	14
▪ Secado por atomización .....	15
▪ Liofilización .....	16
1.3 Bebidas hidratantes.....	18
<b>2 Capítulo II. POLVOS DE JUGO DE AGRAZ CON MALTODEXTRINA OBTENIDOS MEDIANTE LIOFILIZACIÓN.....</b>	<b>19</b>
Introducción .....	19
2.1 Materiales y Métodos .....	20
2.1.1 Materiales .....	20
2.1.2 Preparación del jugo de agraz y de las formulaciones de jugo y maltodextrina 20	
2.1.3 Liofilización .....	21
2.1.4 pH y contenido de sólidos solubles.....	21
2.1.5 Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) .....	21
2.1.6 Color.....	22
2.1.7 Análisis morfológico.....	22
2.1.8 Contenido de humedad y actividad de agua .....	22
2.1.9 Solubilidad en agua .....	22
2.1.10 Contenido de polifenoles totales .....	23
2.1.11 Contenido de antocianinas monoméricas totales .....	23
2.1.12 Eficiencia de encapsulación.....	23
2.1.13 Actividad antioxidante .....	23
2.1.14 Propiedades de flujo .....	24
2.1.15 Análisis estadístico .....	24

2.2	Resultados y discusión .....	25
2.2.1	Propiedades del jugo de agraz .....	25
2.2.2	Propiedades fisicoquímicas y morfológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización .....	26
2.2.3	Propiedades tecnológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.....	31
2.2.4	Contenido de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante (DPPH) de polvos de jugo de agraz con maltodextrina .....	33
2.3	Conclusiones .....	36
<b>3</b>	<b>Capítulo III. POLVOS DE JUGO DE AGRAZ CON MALTODEXTRINA Y/O GOMA ARÁBIGA OBTENIDOS MEDIANTE LIOFILIZACIÓN .....</b>	<b>39</b>
	Introducción.....	39
3.1	Materiales y métodos.....	40
3.1.1	Materiales.....	40
3.1.2	Preparación de las formulaciones de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica.....	41
3.1.3	Liofilización.....	41
3.1.4	Caracterización de los productos obtenidos .....	42
3.2	Resultados y discusión .....	42
3.2.1	Propiedades fisicoquímicas y morfológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización .....	43
3.2.2	Propiedades tecnológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización .....	47
3.2.3	Contenido de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante (DPPH) de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica.....	48
3.3	Conclusiones .....	51
<b>4</b>	<b>Capítulo IV. POLVOS DE JUGO DE AGRAZ CON MALTODEXTRINA Y/O GOMA ARÁBIGA OBTENIDOS MEDIANTE SECADO POR ATOMIZACIÓN .....</b>	<b>53</b>
	Introducción.....	53
4.1	Materiales y métodos.....	54
4.1.1	Materiales.....	54
4.1.2	Preparación de las formulaciones de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica.....	55
4.1.3	Secado por atomización .....	55
4.1.4	Caracterización de los productos obtenidos .....	56
4.2	Resultados y discusión .....	56
4.2.1	Propiedades fisicoquímicas y morfológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización .....	57
4.2.2	Propiedades tecnológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización .....	61
4.2.3	Contenido de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante (DPPH) de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica.....	62
4.3	Conclusiones .....	65
<b>5</b>	<b>Capítulo V. APLICACIÓN DE POLVOS DE JUGO DE AGRAZ OBTENIDOS MEDIANTE LIOFILIZACIÓN Y SECADO POR ATOMIZACIÓN COMO INGREDIENTES DE BEBIDAS HIDRATANTES .....</b>	<b>67</b>
	Introducción.....	67
5.1	Materiales y métodos.....	68

---

5.1.1	Materiales .....	68
5.1.2	Preparación de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización .....	69
5.1.3	Caracterización de las bebidas .....	70
5.2	Resultados y discusión.....	70
5.2.1	Apariencia y color de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización .....	70
5.2.2	Contenido de polifenoles totales de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización .....	73
5.2.3	Contenido de antocianinas monoméricas totales de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización.....	75
5.2.4	Actividad antioxidante de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización.....	77
5.3	Conclusiones.....	79
<b>6</b>	<b>CONCLUSIONES GENERALES Y RECOMENDACIONES .....</b>	<b>81</b>
<b>A.</b>	<b>Anexo: Publicaciones científicas .....</b>	<b>83</b>
<b>7</b>	<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>99</b>

# Lista de Figuras

	Pág.
<b>Figura 1-1</b> Principales antocianinas presentes en el fruto de agraz.....	6
<b>Figura 1-2</b> Estructuras morfológicas de microencapsulados y microesferas.....	9
<b>Figura 1-3</b> Fórmula estructural de la maltodextrina.....	11
<b>Figura 1-4</b> Fórmula estructural de la goma arábica .....	12
<b>Figura 1-5</b> Principio de encapsulación por extrusión .....	14
<b>Figura 1-6</b> Principio de encapsulación por electrospinning .....	15
<b>Figura 1-7</b> Diagrama de un equipo de secado por atomización con colector de ciclón... ..	16
<b>Figura 1-8</b> Diagrama de fases del agua.....	17
<b>Figura 2-1</b> Proceso de preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.....	21
<b>Figura 2-2.</b> Imagen de jugo de agraz liofilizado sin adición de maltodextrina como coadyuvante. ....	26
<b>Figura 2-3</b> Imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.....	27
<b>Figura 2-4</b> Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. ....	30
<b>Figura 2-5</b> Espectro FTIR de: (a) jugo de agraz; (b) maltodextrina; polvos de jugo de agraz con maltodextrina (c) 20%, (d) 30%, (e) 40% y (f) 50% obtenidos mediante liofilización. ....	32
<b>Figura 2-6</b> Contenido de polifenoles totales (a) y de antocianinas monoméricas totales (b) de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización....	34
<b>Figura 2-7</b> Eficiencia de encapsulación de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. ....	35
<b>Figura 2-8</b> Actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.....	36
<b>Figura 3-1.</b> Proceso de preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización .....	41
<b>Figura 3-2.</b> Imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.....	42
<b>Figura 3-3.</b> Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o arábica obtenidos mediante liofilización.....	45
<b>Figura 3-4.</b> Espectros FTIR de: (a) jugo de agraz; (b) maltodextrina; (c) goma arábica; polvos de jugo de agraz con: (d) GA, (e) MD:GA 25:74, (f) MD:GA 50:50, (g) MD:GA 75:25 y (h) MD obtenidos mediante liofilización. ....	47

<b>Figura 3-5.</b> Contenido de polifenoles totales (a) y de antocianinas monoméricas totales (b) de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización .....	49
<b>Figura 3-6.</b> Eficiencia de encapsulación de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. ....	50
<b>Figura 3-7.</b> Actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.....	51
<b>Figura 4-1.</b> Proceso de preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	56
<b>Figura 4-2:</b> Imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	56
<b>Figura 4-3.</b> Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	59
<b>Figura 4-4:</b> Espectros FTIR de (a) jugo de agraz; (b) maltodextrina; (c) goma arábica; polvos de jugo de agraz con: (d) maltodextrina; (e) goma arábica y (f) maltodextrina:goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	60
<b>Figura 4-5:</b> Contenido de polifenoles totales de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.....	62
<b>Figura 4-6:</b> Contenido de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	63
<b>Figura 4-7:</b> Eficiencia de encapsulación de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	64
<b>Figura 4-8:</b> Actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	65
<b>Figura 5-1.</b> Imágenes de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización: (a) control (BC); (b) B_LGA; (c) B_LMG 25:75; (d) B_LMG 50:50; (e) B_LMG 75:25; (f) B_LMD; (g) B_SGA; (h) B_SMG; (i) B_SMD .....	71
<b>Figura 5-2.</b> Contenido de polifenoles totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.....	74
<b>Figura 5-3.</b> Contenido de polifenoles totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	75
<b>Figura 5-4.</b> Contenido de antocianinas monoméricas totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. ....	76
<b>Figura 5-5.</b> Contenido de antocianinas monoméricas totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.....	77

**Figura 5-6.** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH • de las bebidas  
adicionadas de polvo de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos  
mediante liofilización. .... 78

**Figura 5-7.** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH • de las bebidas  
adicionadas de polvo de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos  
mediante secado por atomización. .... 79

# Lista de Tablas

	Pág.
<b>Tabla 1-1</b> Clasificación taxonómica del agraz. ....	5
<b>Tabla 1-2</b> Tamaño de partícula según el método de encapsulación. ....	9
<b>Tabla 1-3</b> Materiales encapsulantes utilizados en la industria de alimentos. ....	10
<b>Tabla 2-1.</b> Propiedades fisicoquímicas del jugo de agraz. ....	25
<b>Tabla 2-2.</b> Parámetros de color de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. ....	28
<b>Tabla 2-3</b> Actividad de agua, contenido de humedad y solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. ....	28
<b>Tabla 2-4</b> Propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. ....	32
<b>Tabla 3-1</b> Formulaciones empleadas para la preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización ....	41
<b>Tabla 3-2.</b> Parámetros de color de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. ....	43
<b>Tabla 3-3.</b> Actividad de agua, contenido de humedad y solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. .	44
<b>Tabla 3-4.</b> Propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. ....	48
<b>Tabla 4-1.</b> Formulaciones empleadas para la preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	55
<b>Tabla 4-2:</b> Parámetros de color de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización ....	57
<b>Tabla 4-3:</b> Actividad de agua, porcentaje de humedad y solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización ....	58
<b>Tabla 4-4:</b> Propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización. ....	62
<b>Tabla 5-1.</b> Formulaciones empleadas para la elaboración de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización ....	69
<b>Tabla 5-2.</b> Detalle de la obtención de los polvos de jugo de agraz, utilizados como ingredientes para elaboración de las bebidas isotónicas. ....	69

**Tabla 5-3.** Coordenadas CIELAB de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización..... 72

**Tabla 5-4.** Coordenadas CIELAB de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización ..... 73

## Lista de Símbolos y abreviaturas

### Abreviatura Término

MD	Maltodextrina
GA	Goma arábiga
DE	Equivalentes dextrosa
DPPH•	2,2-difenil-1-picrilhidrazilo
ABTS	ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6-sulfónico)
FTIR	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier
SEM	Microscopia electrónica de barrido
HPLC-DAD	Cromatografía líquida de alta resolución con detector de arreglo de diodos
ESI-MS/MS	Espectrometría de masas tipo ionización por electroespray
FRAP	Ensayo de poder antioxidante férrico
TEAC	Capacidad antioxidante equivalente a Trolox
AEAC	Capacidad antioxidante equivalente a ácido ascórbico
C3G	Equivalentes de cianidina 3 glucósido
EAG	Equivalentes de ácido gálico
col.	Colaboradores

# Introducción

La creciente tendencia hacia el consumo de alimentos más saludables ha promovido el desarrollo de nuevos ingredientes naturales que, además de ser fuente de nutrientes, aporten beneficios para la salud (Vieira da Silva et al., 2016). En este contexto, los jugos de fruta en polvo poseen un alto potencial como ingredientes para la formulación de alimentos funcionales, porque son una fuente abundante de compuestos bioactivos y poseen una alta actividad antioxidante (Bednarska & Janiszewska-Turak, 2020; Wilkowska et al., 2016).

El agraz (*Vaccinium meridionale* Swartz) es un arbusto silvestre que crece en la zona altoandina de Suramérica entre 2300 y 3300 metros sobre el nivel del mar (m.s.n.m.) (Celis, Franco Tobon, Agudelo, Arango, & Rojano, 2017). Se ha reportado que los frutos de agraz son una fuente rica de compuestos bioactivos tales como antocianinas, flavonoides y ácidos fenólicos, los cuales se han asociado con propiedades antioxidantes, anticancerígenas y antiinflamatorias (G. A. Garzón et al., 2010; González et al., 2017; Maldonado-Celis et al., 2014).

El agraz se comercializa comúnmente fresco o transformado en productos artesanales tales como jugos, jaleas y mermeladas (G. A. Garzón et al., 2010). Varios estudios han reportado que el jugo de agraz tiene un alto potencial para usarse como aditivo o ingrediente funcional en formulaciones alimentarias (Celis, Tobón, Agudelo, Arango, & Rojano, 2017 ; G. A. Garzón et al., 2010). Sin embargo, el jugo de agraz es susceptible al deterioro y a la degradación microbiana debido a su alto contenido de humedad. Además, se ha reportado que el contenido de antocianinas y la capacidad antioxidante de este jugo se reducen significativamente durante el almacenamiento (Celis, Franco Tobon, Agudelo, Arango, & Rojano, 2017 ; Celli et al., 2016). Por lo tanto, es necesario desarrollar estrategias para su vehiculización y estabilización.

La deshidratación constituye una alternativa para la obtención de jugos de frutas en polvo de fácil manejo y transporte y con mayor vida útil (Shishir & Chen, 2017). Existen varias

tecnologías de secado para la producción de alimentos en polvo a escala industrial, siendo la liofilización y el secado por atomización los métodos más frecuentemente empleados para la producción de jugo de frutas en polvo (Nicoletti Telis & Martinez Navarrete, 2012). Varios estudios han reportado la deshidratación de jugos de frutas tales como maqui, arándano, grosella, mora, entre otros (Bastías-Montes et al., 2019; Casati et al., 2019; Ferrari et al., 2013). Sin embargo, no se conocen antecedentes acerca del desarrollo de polvos de jugo de agraz empleando tecnologías tales como la liofilización y el secado por atomización.

En el presente trabajo se desarrollaron sistemas para la encapsulación de jugo de agraz en micropartículas de maltodextrina y goma arábica, empleando tecnologías de liofilización y secado por atomización. Los polvos obtenidos se caracterizaron en términos de su contenido de humedad, actividad acuosa, solubilidad en agua, fluidez, color superficial, contenido de polifenoles y de antocianinas totales y capacidad antioxidante. Además, se evaluó el potencial de uso de polvos de jugo de agraz como ingredientes en la formulación de bebidas.

# **OBJETIVOS**

## **Objetivo general**

Desarrollar sistemas para la encapsulación de jugos de agraz en micropartículas de maltodextrina, goma arábica y sus mezclas, empleando tecnologías de liofilización y secado por atomización.

## **Objetivos específicos**

Estudiar el efecto del uso de diferentes concentraciones de maltodextrina, y de sus mezclas con goma arábica, sobre la eficiencia de encapsulación de compuestos bioactivos, las características fisicoquímicas y las propiedades tecnológicas de polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización.

Analizar la influencia del agente encapsulante (maltodextrina y/o goma arábica) sobre las propiedades de los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante secado por atomización.

Evaluar el potencial de aplicación de los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización y secado por atomización como ingredientes de bebidas.

# Capítulo I. MARCO TEÓRICO

## 1.1. Agraz

En las zonas altoandinas de Colombia, principalmente en los departamentos de Boyacá, Antioquia y Cundinamarca se encuentra el árbol de agraz o mortiño, una especie silvestre que crece sobre los 2600 m.s.n.m. en climas húmedos y fríos (Quevedo-Rubiano et al., 2021).

El fruto del agraz, conocido con el mismo nombre, es una baya de color púrpura oscuro, sabor ácido pero agradable, de diámetro pequeño (5-10 mm) que conserva en su interior las diminutas y múltiples semillas (Quintero Quiroz et al., 2019). Se clasifica taxonómicamente dentro de la familia Ericaceae y el género *Vaccinium* (Tabla 1-1).

**Tabla 1-1** Clasificación taxonómica del agraz.

Reino	Plantae
Filo	Tracheophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Ericales
Familia	Ericaceae
Género	<i>Vaccinium</i>
Especie	<i>Vaccinium meridionale</i> Swartz

Fuente(Global Biodiversity Information Facility, n.d.)

El agraz es conocido por los pobladores de la región altoandina desde hace más de 60 años, sin embargo, fue solo hasta la última década que se generó un interés en el fruto,

umentando su demanda (Quevedo Rubiano, 2020). Para el año 2018 el área sembrada y rendimiento del agraz fue de 312.7 ha y 1.8 t/ha, respectivamente; siendo el departamento de Boyacá el mayor productor (AGRONET, 2020).

El reciente interés en el agraz se debe que se considera fuente de fitoquímicos como polifenoles y antocianinas con alta capacidad antioxidante (G. A. Garzón et al., 2010). Estudios previos han demostrado que los productos de agraz tienen efectos positivos sobre la salud, como antiinflamatorio, antimicrobiano, actividad antiproliferativa de células cancerígenas y células relacionadas con la leucemia, actividad antioxidante en personas con síndrome metabólico y sobrepeso, además puede disminuir el daño oxidativo en ADN (Agudelo et al., 2018; Arango-Varela et al., 2020, 2021; Espinosa Moncada et al., 2018; Gallego-Pelaez et al., 2021; G. Astrid Garzón et al., 2020; González et al., 2017; Quintero Quiroz et al., 2019).

El contenido de polifenoles totales del fruto de agraz varía entre  $609.0 \pm 39.0$  y  $758.6 \pm 623$  mg EAG/100 g (EAG: equivalentes de ácido gálico). Las antocianinas son uno de los grupos fenólicos más importantes en el agraz su contenido total es de  $201.0 \pm 10,0$  a  $329.0 \pm 28.0$  mg cianidina-3-glucósido/100 g; siendo las más abundantes, en orden decreciente: cianidin-3-galactósida, delphinidin-3-hexósida, delphinidin-3-pentósida, cianidin-3-glucósida y cianidin-3-arabinosida (Figura 1-1) (G. A. Garzón et al., 2010; Gloria Astrid Garzón, 2012).

**Figura 1-1** Principales antocianinas presentes en el fruto de agraz

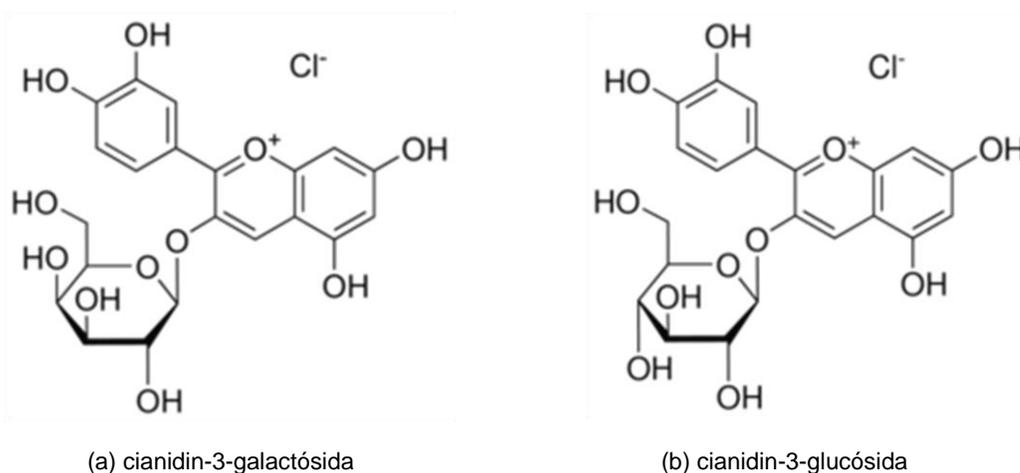
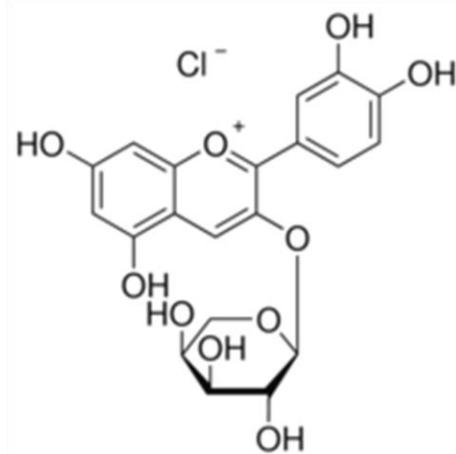


Figura 1-1. (Continuación)



(c) cianidin-3-arabinosida

Tomado de (MERCK, 2021).

La actividad antioxidante es una medida de la capacidad que tiene una sustancia de inhibir la degradación oxidativa. Existen diferentes métodos para determinarla de forma experimental; los más utilizados son aquellos que se basan en la reacción química de un compuesto específico que al oxidarse, experimenta un cambio de coloración que puede medirse por medio de un instrumento. Comúnmente, los métodos se conocen por el nombre del reactivo principal como DPPH• (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), ABTS (2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid)) o por una breve descripción de la técnica como el caso de FRAP (*Ferric Reducing Antioxidant Power assay*) y ORAC (*Oxygen Radical Absorbance Capacity*) (Alam et al., 2013). Las técnicas de medición de actividad antioxidante no pueden compararse entre sí, por tratarse de ensayos independientes.

Los valores reportados de actividad antioxidante del agraz son  $2404 \pm 120$  TEAC (método DPPH•),  $8694 \pm 435$  TEAC (método ABTS),  $581 \pm 29$  AEAC (método FRAP) (Gaviria et al., 2009),  $416.8 \pm 53.4$   $\mu\text{molTE/g}$  (método ORAC) y  $546.7 \pm 5.9$   $\mu\text{molTE/g}$  (método ABTS) (G. Astrid Garzón et al., 2020). La concentración de polifenoles y capacidad antioxidante del agraz es comparable e incluso superior a otros frutos rojos más conocidos como arándano (*Vaccinium myrtillus*) (G. A. Garzón et al., 2010) y mora (*Rubus glaucus Benth*) (Bernal et al., 2014).

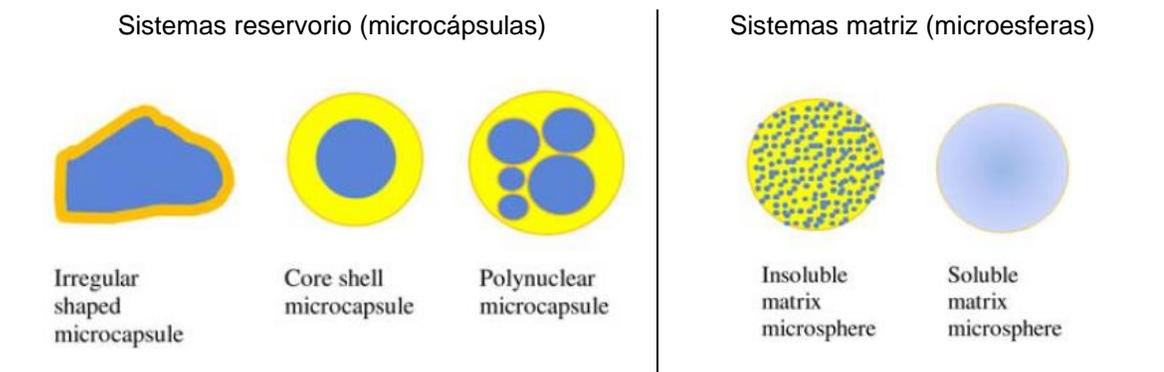
El agraz también se ha utilizado como ingrediente alimentario, el almíbar de agraz adicionado a yogurt ayuda a conservar durante el almacenamiento las propiedades funcionales, así como la estabilidad probiótica (Zapata et al., 2015). El orujo de agraz proporciona compuestos bioactivos, color natural y mejora la aceptación sensorial de yogurt griego (Gloria Astrid Garzón et al., 2021).

## 1.2 Microencapsulación

La microencapsulación se define como el atrapamiento de un compuesto sea sólido, líquido o gaseoso dentro de un material de pared (Fellows, 2017). El propósito principal es brindar protección al compuesto contra la oxidación química y factores medioambientales como la luz, el oxígeno, la humedad, la temperatura, entre otros (Bolson Moro et al., 2021; Labuschagne, 2018). En la industria alimentaria el compuesto puede ser un fitoquímico y se conoce también como ingrediente activo, núcleo o fase interna; mientras que el material de pared también se conoce como material encapsulante, capa, membrana o fase externa (Cortés-Morales et al., 2021). La microencapsulación ofrece también otras ventajas como son: enmascarar sabores, olores y colores indeseados, controlar la liberación del ingrediente activo, prevenir reacciones indeseadas con otros ingredientes alimentarios y cambiar un alimento de fase líquida a sólida con el fin de facilitar su manejo y transporte (Fellows, 2017).

En general, existen dos tipos de estructuras de encapsulación (Figura 1-2). Los sistemas reservorio (microcápsulas) en los cuales se puede distinguir claramente la cáscara del núcleo y los sistemas matriz (microesferas) en los cuales el ingrediente activo se mezcla heterogéneamente con el material de pared, quedando en ocasiones expuesto a la superficie (Huang et al., 2021).

**Figura 1-2** Estructuras morfológicas de microencapsulados y microesferas



Tomado de (Fellows, 2017)

Las partículas que se forman en el proceso de microencapsulación se clasifican de acuerdo con su tamaño en: macrocápsulas diámetro superior a 5000  $\mu\text{m}$ , microcápsulas para diámetro entre 0.2 – 5000  $\mu\text{m}$  y nanocápsulas por debajo de 0.2  $\mu\text{m}$ . El proceso de obtención del encapsulado es fundamental para definir el tamaño de partícula deseado, como se observa en la Tabla 1-2, las partículas más pequeñas se obtienen por medio de la tecnología de secado por atomización, mientras que los procesos de revestimiento de suspensión neumática y extrusión dan como resultado partículas más grandes (Barbosa Canovas et al., 2005).

**Tabla 1-2** Tamaño de partícula según el método de encapsulación.

Método de encapsulación	Proceso	Tamaño de partícula [ $\mu\text{m}$ ]
Atomización	Microencapsulación	20 - 150
Extrusión centrífuga	Microencapsulación	125 – 3000
Revestimiento de suspensión neumática	Microencapsulación – Encapsulación	50 - 10000
Extrusión	Microencapsulación – Encapsulación	700 – 6000
Coacervación	Microencapsulación	1 – 500
Separación por suspensión centrífuga	Microencapsulación	5 – 1000

Adaptado de (Barbosa Canovas et al., 2005).

### 1.2.1 Materiales encapsulantes

En la industria de alimentos existe una gran variedad de materiales de origen vegetal, marino, animal, microbiológico u otro (Tabla 1-3) que pueden ser utilizados como encapsulantes (Barbosa Canovas et al., 2005; Wandrey et al., 2010). La elección del material de pared está basada en las características fisicoquímicas del compuesto activo a encapsular, además de que sea estable, de grado alimenticio y que no presente reactividad química con el ingrediente activo (Bolson Moro et al., 2021; Labuschagne, 2018).

**Tabla 1-3** Materiales encapsulantes utilizados en la industria de alimentos.

ORIGEN TIPO	Vegetal	Marino	Animal / Microbiológico	Otro
Polisacáridos	Jarabe de maíz			
	Dextrinas (malto y ciclo)			
	Almidón			
	Sacarosa			
	Goma arábica			
	Goma karaya			
	Goma de mezquite		Agar	Dextrano
	Acetilcelulosa		Carragenina	Quitosano
	Carboximetilcelulosa		Alginato	Goma xantana
	Nitrocelulosa			
	Metilcelulosa			
	Etilcelulosa			
	Celulosa acetato-butirato-ftalato			
Lípidos	Ácido esteárico		Cera de abejas	Parafina
			Ácidos grasos	
			Ácido esteárico	
			Tristearina	

TIPO	ORIGEN				
	Vegetal	Marino	Animal / Microbiológico	Otro	
Proteínas	Albúmina		Gelatina		
	Gluten		Caseína		
	Péptidos			Proteína de suero	
				Hemoglobina	

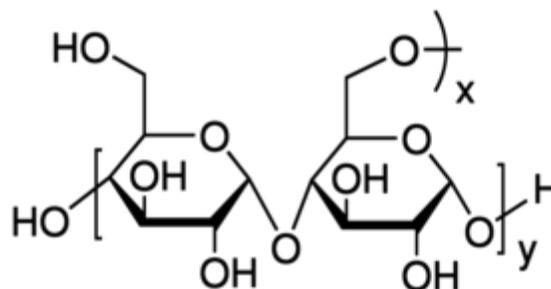
Basado en (Barbosa Canovas et al., 2005; Labuschagne, 2018; Wandrey et al., 2010)

Luego de la encapsulación, la liberación del compuesto activo puede ocurrir por etapas y a distintas velocidades de acuerdo con la permeabilidad del material de pared (Huang et al., 2021) y el mecanismo de liberación, que puede ser hinchamiento, disolución o degradación (Labuschagne, 2018).

### ▪ Maltodextrina

La maltodextrina Número CAS 9050-36-6 es un polisacárido (Figura 1-3), producto del hidrolizado de almidón de maíz, papa o trigo, se conoce por ser un polvo blanco, ligeramente dulce y fácilmente digerible, con equivalentes dextrosa (DE) menores o iguales a veinte ( $DE < 20$ ) (Wandrey et al., 2010). Los equivalentes dextrosa (DE) de la maltodextrina pueden afectar la eficiencia de encapsulación y las propiedades del polvo obtenido. Cuando los DE son altos aumenta la temperatura de transición vítrea con lo cual se consigue mayor estabilidad del compuesto activo en la matriz; mientras que a DE bajos el microencapsulado presenta menor adsorción de agua debido a que la unión con los grupos hidrófilos disminuye (Labuschagne, 2018; Sharif et al., 2020).

**Figura 1-3** Fórmula estructural de la maltodextrina.



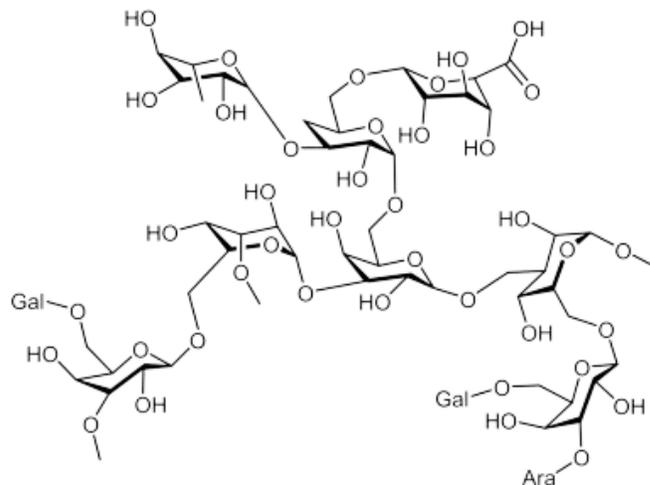
Tomado de (MERCK, 2021).

La maltodextrina es un material de pared ampliamente utilizado en la industria de alimentos debido a su eficiencia para encapsular compuestos bioactivos, proporciona polvos con menor humedad relativa y mayor densidad aparente, además tiene buena relación costo/beneficio y disponibilidad (Labuschagne, 2018; Sharif et al., 2020; Shishir & Chen, 2017).

## ▪ Goma arábica

La goma arábica Número CAS 9000-01-5 es una mezcla de oligosacáridos, polisacáridos y glicoproteínas de arabinogalactano (Figura 1-4) que se obtiene del árbol de acacia. La composición de la goma arábica es variable de acuerdo con la fuente bien sea Acacia seyal o Senegal (Wandrey et al., 2010).

**Figura 1-4** Fórmula estructural de la goma arábica



Tomado de (ScienceDirect, 2021).

La goma arábica es un polvo blanco, inodoro e insípido. Dentro del grupo de las gomas, la goma arábica es la que más se utiliza en alimentos debido a sus características como viscosidad, solubilidad y propiedades de emulsificación, todas ellas gracias a que presenta una pequeña fracción de proteína en su estructura ( $\pm 5\%$ ) (Bolson Moro et al., 2021; Labuschagne, 2018). La goma arábica puede conferir a la solución propiedades de fluidez, como por ejemplo, en concentraciones por debajo del 40% en peso se comporta como un fluido newtoniano, mientras que por encima de esa concentración tiene características de fluido pseudoplástico (Wandrey et al., 2010). Diferentes investigadores han reportado que

el uso de goma arábica en combinación con maltodextrina como materiales de pared otorgan un mayor porcentaje de retención del compuesto activo (Labuschagne, 2018; Mahdavi et al., 2016; Sharif et al., 2020).

## 1.2.2 Tecnologías de encapsulación

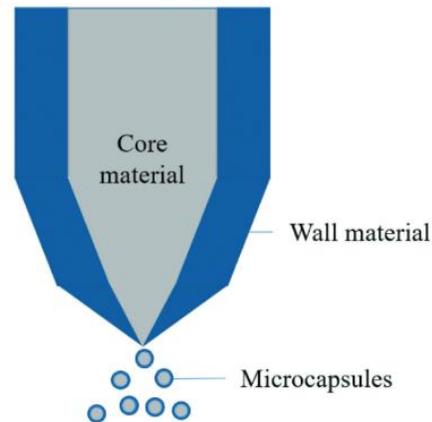
Existen diferentes tecnologías de microencapsulación que se clasifican según su naturaleza en métodos físicos, químicos o fisicoquímicos (Huang et al., 2021). La elección de la tecnología de microencapsulación depende de las características de los materiales de núcleo y pared, el tipo de encapsulado que se desee y la disponibilidad. La tecnología, además, tiene relevancia sobre las propiedades fisicoquímicas de las partículas y la eficiencia de encapsulación (Barbosa Canovas et al., 2005; Fellows, 2017).

A continuación, brevemente se presentarán algunas de las tecnologías de encapsulación más utilizadas en alimentos.

### ▪ Extrusión

La extrusión es una tecnología de naturaleza física que consiste en la preparación de una dispersión compuesta por el material del núcleo y el/los materiales de pared. La dispersión es forzada a pasar por un sistema de troqueles a temperatura relativamente baja y presión alta (110°C y >100 psi, respectivamente) (Huang et al., 2021). Posteriormente se lleva a un baño líquido frío en donde el material de pared se solidifica rápidamente encapsulando en su interior el compuesto deseado (Figura 1-5). El proceso termina con la separación del microencapsulado del baño frío, el secado y la partición a tamaños más pequeños (Barbosa Canovas et al., 2005).

**Figura 1-5** Principio de encapsulación por extrusión



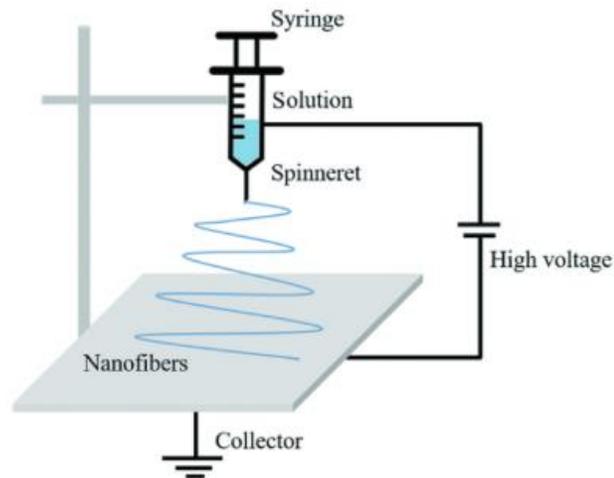
Tomado de (Huang et al., 2021).

### ▪ **Coacervación**

La coacervación inicia con una emulsión aceite agua (o/w) dispersa en un material rico en polímeros como gelatina y goma arábica disueltas en la fase acuosa, por un ajuste en el pH las fases se separan en tres, la primera una solución acuosa, la segunda una fase rica en polímeros conocida como coacervante y la tercera una pobre en polímeros. Posteriormente, las gotas de la fase rica en polímeros recubren la superficie de las partículas de emulsión que al solidificar dan lugar al microencapsulado (Fellows, 2017).

### ▪ **Electrospinning**

El electrospinning se considera una tecnología emergente, en la cual una solución de polímero o polímero fundido (compuesta por los materiales de núcleo y pared) pasa por un campo eléctrico para fabricar una fibra continua (Figura 1-6). Con el proceso de electrospinning puede obtenerse un micro o nano encapsulado (Huang et al., 2021). Ofrece diferentes ventajas como por ejemplo, simplicidad en la operación, bajo costo, requisitos de tamaño reducidos, y pocos volúmenes de operación para compuestos bioactivos, además la relación superficie/volumen es alta, lo cual puede acelerar la solubilidad del nanoencapsulado (Fellows, 2017; Huang et al., 2021).

**Figura 1-6** Principio de encapsulación por electrospinning

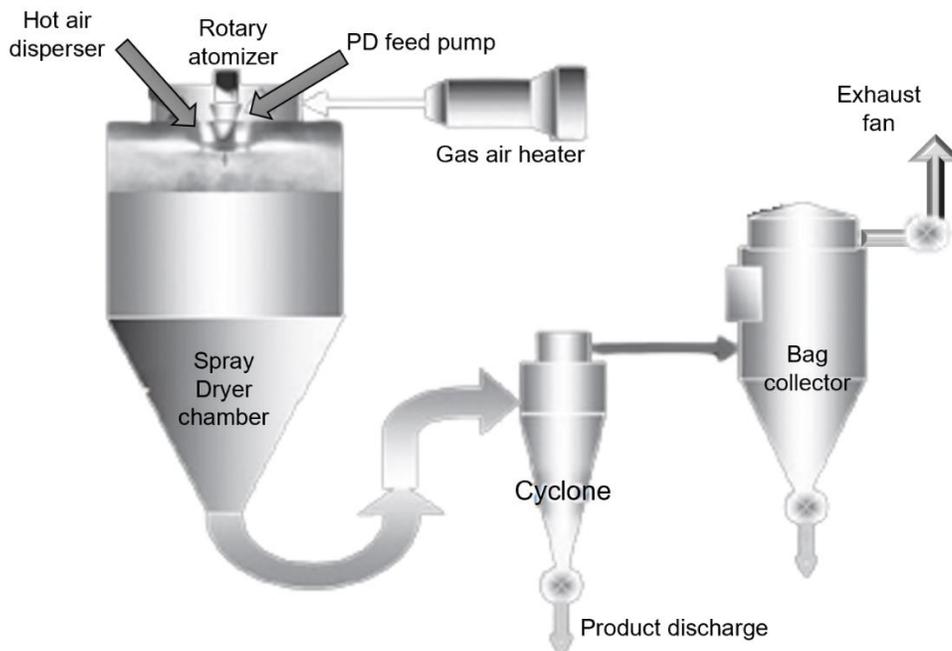
Tomado de (Huang et al., 2021).

### ▪ Secado por atomización

La tecnología de Secado por atomización es una de las más utilizadas en la industria de alimentos para producir polvos ligeros y porosos como, por ejemplo, leche en polvo, café y té instantáneo, extracto de levadura, huevo en polvo, etcétera (Sharif et al., 2020; Shishir & Chen, 2017).

El proceso consiste en el paso de una muestra líquida por una boquilla de diámetro diminuto (2-60  $\mu\text{m}$ ) que genera un chorro de gotas diminutas (atomizadas) las cuales entran a gran velocidad en una cámara de secado por la que circula una corriente de aire caliente. Las partículas diminutas se secan de inmediato gracias al calor latente y son arrastradas por una corriente hacia el colector, el cual está a una temperatura inferior, para evitar la degradación del producto (Figura 1-7) (Ibarz & Barbosa Canovas, 2005).

**Figura 1-7** Diagrama de un equipo de secado por atomización con colector de ciclón.



Tomado de (Berk, 2018)

El secado por atomización presenta diferentes ventajas como simplicidad, bajo costo, tiempo de secado corto (5-100 s) (Shishir & Chen, 2017). El secado se realiza en un tiempo muy corto debido a que las diminutas partículas atomizadas presentan un área mayor de transferencia de calor. Sólo se genera calor latente que evapora el agua de inmediato y, por lo tanto, las gotas nunca alcanzan la elevada temperatura del aire. Los tiempos cortos de secado permiten proteger a los compuestos termolábiles de la degradación (Berk, 2018). En general las partículas que se forman por el secado por atomización presentan alta densidad aparente, tamaño uniforme y buena solubilidad (Huang et al., 2021).

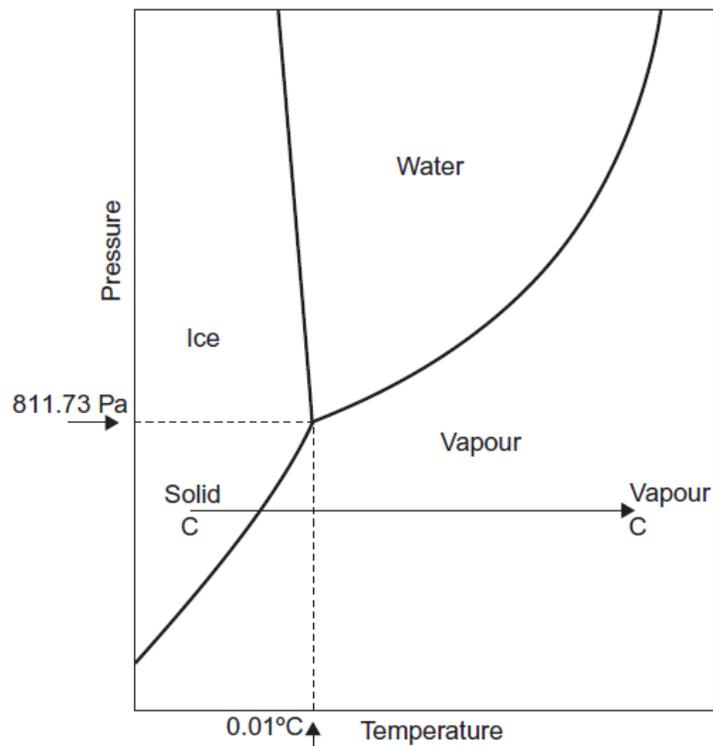
## ▪ Liofilización

La liofilización es un proceso de deshidratación en frío por sublimación del agua congelada que se encuentra dentro de las moléculas del alimento (Oyinloye & Yoon, 2020). Es una tecnología utilizada en la industria alimenticia y farmacéutica debido a que los compuestos termolábiles no se ven expuestos a elevadas temperaturas en ninguna etapa del proceso, siendo esta su mayor ventaja (Fellows, 2017; Różyło, 2020). Pese a que su costo puede

llegar a ser elevado si se compara con otras tecnologías, la liofilización se prefiere porque permite una mayor eficiencia de encapsulación de compuestos bioactivos y estabilidad de los polvos obtenidos (Sharif et al., 2020).

El proceso de liofilización inicia con un tratamiento previo que consiste en la congelación del alimento, posteriormente, en el equipo liofilizador se genera una presión de vacío y en algunos casos, se acompaña de un calentamiento leve que conlleva a la sublimación, debido a las propiedades termodinámicas del agua (Figura 1-8) (Oyinloye & Yoon, 2020). El proceso de liofilización da como resultado un producto seco, poroso, friable y con bajo contenido de humedad (Ibarz & Barbosa Canovas, 2005).

**Figura 1-8** Diagrama de fases del agua.



Tomado de (Fellows, 2017)

El proceso de liofilización se ha utilizado para encapsular compuestos activos que se caracterizan por ser susceptibles a la temperatura y que provienen de diferentes matrices vegetales como por ejemplo, curcumina, compuestos fenólicos, limonina, vitamina E, vitamina C, entre otros (Huang et al., 2021; Różyło, 2020).

### **1.3 Bebidas hidratantes**

Durante la práctica de ejercicio físico se pierden agua y electrolitos a través del sudor. Las bebidas hidratantes consiguen recuperar el equilibrio hídrico y electrolítico, debido a que tienen la capacidad de reponer agua y iones como sodio, potasio, calcio y magnesio que se habían perdido, además son fuente de carbohidratos y vitaminas de fácil absorción (Stasiuk & Przybyłowski, 2017; Styburski et al., 2020; Tomczyk et al., 2020).

Dentro del grupo de bebidas hidratantes se encuentran las bebidas isotónicas, las cuales poseen la misma osmolaridad de la sangre humana. La osmolaridad es una medida de la concentración osmótica, es decir la cantidad de solutos presentes en una solución por unidad de volumen (ICONTEC, 2009). Cuando una célula sanguínea se encuentra en un medio isotónico la concentración de solutos que posee es igual a la del medio que la rodea, entonces el agua se moverá hacia adentro y hacia afuera a la misma velocidad sin causar daño en los glóbulos rojos (Stasiuk & Przybyłowski, 2017).

Se han realizado diferentes estudios con ingredientes de origen natural para mejorar las características de las bebidas como color, sabor y capacidad antioxidante. Por ejemplo, se ha utilizado polvo liofilizado de maqui, asaí, endrino y jugo de limón con el fin de aumentar la actividad antioxidante, el contenido de polifenoles y minerales de bebidas isotónicas (Gironés-Vilaplana et al., 2013). Así mismo se ha investigado el uso de polvo de miel y extractos de menta, ortiga y remolacha como edulcorantes y colorantes naturales, así como también para aumentar la capacidad antioxidante (Tomczyk et al., 2020)

# Capítulo II. POLVOS DE JUGO DE AGRAZ CON MALTODEXTRINA OBTENIDOS MEDIANTE LIOFILIZACIÓN

## Introducción

La liofilización es considerada una de las tecnologías más adecuadas para la deshidratación de jugos de fruta, porque permite la preservación de compuestos termosensibles y la obtención de polvos con buena estabilidad (Sharif et al., 2020). Sin embargo, los jugos de fruta liofilizados son higroscópicos, cohesivos y susceptibles a la degradación durante el almacenamiento (Nicoletti Telis & Martinez Navarrete, 2012). Varios estudios han reportado que el uso de maltodextrina como coadyuvante de liofilización permite la obtención de jugos en polvo con buena estabilidad, alta solubilidad en agua y buena fluidez (Nicoletti Telis & Martinez Navarrete, 2012). El uso de maltodextrina como material de pared en la obtención de polvos, ofrece como ventajas el aumento en el volumen, la facilidad en la formación de películas y la disminución en la permeabilidad del oxígeno (Ahmed et al., 2010; Gallegos-Infante et al., 2013; Turasan et al., 2015). Caliskan & Dirim (2016) obtuvieron polvos liofilizados a partir de mezclas de zumaque (*Rhus genus*) con diferentes cantidades de maltodextrina, observando que la fluidez de los productos mejoró significativamente a medida que se incrementó el contenido de coadyuvante en la formulación. Lachowicz y col. (2020) estudiaron el efecto del uso de distintas concentraciones de maltodextrina (30%, 40% y 50%) sobre el contenido de polifenoles totales y la actividad antioxidante de polvos de jugo de *Amelanchier alnifolia* Nutt obtenidos mediante liofilización, encontrando que el empleo de maltodextrina al 30% permitió la obtención de polvos con mayor contenido de compuestos bioactivos y con alta actividad antirradicalaria (ABTS).

En el presente capítulo se evaluó el efecto de la adición de diferentes concentraciones de maltodextrina (20%, 30%, 40% y 50%) sobre el contenido de humedad, la actividad acuosa, la solubilidad en agua, la densidad aparente, la fluidez, los atributos de color, la morfología, el contenido de polifenoles y de antocianinas totales y la capacidad antioxidante de polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización.

## 2.1 Materiales y Métodos

### 2.1.1 Materiales

Se emplearon frutos de agraz (*Vaccinium meridionale* Swartz) en estado de madurez 5 (100% morado oscuro) cosechados en el municipio de Ráquira (Boyacá, Colombia) a 2150 m.s.n.m. Las bayas fueron examinadas previo a su uso para separar los frutos con daño mecánico o deterioro microbiano aparente. Los frutos de agraz fueron lavados y desinfectados usando una solución de hipoclorito de sodio a 100 mg/L.

Como agente encapsulante se empleó maltodextrina (MD) con dextrosa equivalente de 18-22 (Tecnas S.A., Medellín, Colombia). El reactivo de Folin-Ciocalteu fue provisto por Panreac (Barcelona, España), el ácido gálico por Merck (Darmstadt, Alemania), y el radical libre 2,2-difenil-1-picrilhidrazilo (DPPH•) se adquirió en Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA). Todos los demás reactivos utilizados fueron de grado analítico.

### 2.1.2 Preparación del jugo de agraz y de las formulaciones de jugo y maltodextrina

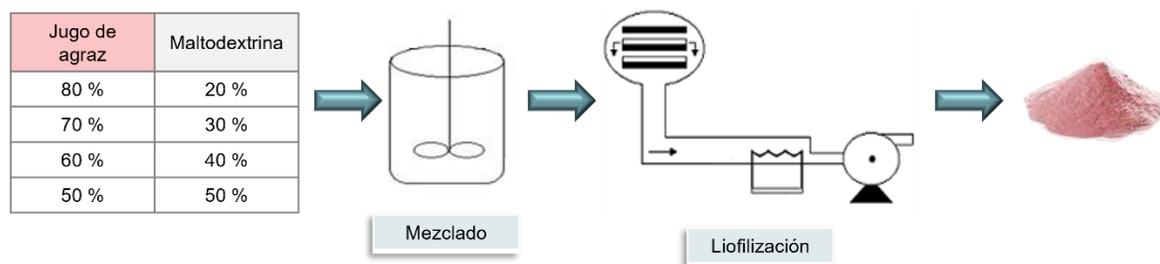
Los frutos de agraz se procesaron utilizando un extractor de jugos y luego se filtraron al vacío usando papel Whatman No. 1. Para el proceso de liofilización, se prepararon cuatro formulaciones mezclando jugo de agraz (J) con maltodextrina (MD) en las siguientes proporciones (J:MD): 80:20 (20%), 70:30 (30%), 60:40 (40%) y 50:50 (50%).

La disolución de la maltodextrina en el jugo de agraz se realizó bajo agitación continua a 800 rpm empleando un agitador vertical EUROSTAR 20 (IKA, Staufen, Alemania).

### 2.1.3 Liofilización

Todas las formulaciones se congelaron a  $-20^{\circ}\text{C}$  durante 24 h y luego se liofilizaron usando un equipo BUCHI Lyovapor L-200 (Flawil, Suiza) operando a  $-55^{\circ}\text{C}$ , con una presión de 0.1 mbar durante 48 h (Figura 2-1). Las tortas liofilizadas se molieron con un molino de café (Cuisinart Stamford CT. USA) para obtener polvos y se almacenaron en un recipiente hermético hasta su uso.

**Figura 2-1**Proceso de preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.



### 2.1.4 pH y contenido de sólidos solubles

El pH se determinó utilizando un pH-metro digital (Oakton Instruments, Vernon Hills, IL, EE. UU.) (AOAC 981.12). Para la determinación del contenido de sólidos solubles ( $^{\circ}\text{Brix}$ ), se empleó un refractómetro Atago modelo PR 101 (Atago CO., Tokio, Japón) (AOAC 932.12).

### 2.1.5 Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

Se empleó un equipo FT/IR-4100 (JASCO, Hachioji, Tokio, Japón) equipado con un módulo de reflectancia total atenuada (ATR). Los espectros se obtuvieron como un promedio de 24 escaneos, entre  $4000$  y  $450\text{ cm}^{-1}$ , a una resolución de  $4\text{ cm}^{-1}$ . El tratamiento de los espectros se realizó empleando el software Spectra Manager (v.2.7, JASCO Hachioji, Tokio, Japón).

### 2.1.6 Color

El color se midió utilizando un colorímetro triestímulo Minolta (Konica Minolta CR-10, Osaka, Japón) y se reportó en las coordenadas de color CIELAB (valores  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ), donde  $L^*$  indica la luminosidad,  $a^*$  es la coordenada rojo (+)/verde (-) y  $b^*$  es la coordenada amarillo (+)/azul (-). El ángulo de tono ( $h$ ) y el croma ( $C$ ) se calcularon usando las ecuaciones 2-1 y 2-2.

$$h = \tan^{-1} \left( \frac{b^*}{a^*} \right) \quad (0-1)$$

$$C = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (0-2)$$

### 2.1.7 Análisis morfológico

Las características morfológicas de las muestras se analizaron mediante Microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) usando un microscopio ZEISS EVO MA10 (Carl Zeiss SMT Ltd., Cambridge, REINO UNIDO). Los polvos se recubrieron con una capa de oro y se examinaron con un voltaje de aceleración de 20 kV.

### 2.1.8 Contenido de humedad y actividad de agua

El contenido de humedad (%) se midió gravimétricamente, secando las muestras en un horno a 105°C hasta peso constante (AOAC, 1998). La actividad acuosa ( $a_w$ ) se determinó utilizando un equipo AquaLab Serie 3 TE (Pullman, WA, EE. UU.) (AOAC, 1998).

### 2.1.9 Solubilidad en agua

La solubilidad en agua se determinó mezclando 1 g de muestra con 100 mL de agua destilada a temperatura ambiente, bajo agitación continua a 1000 rpm durante 5 min (IKA RT5 agitador magnético, Staufen, Alemania). Las muestras rehidratadas se centrifugaron a 1500 rpm durante 5 min y el sobrenadante se secó a 105°C hasta peso constante. El peso seco se utilizó para calcular el porcentaje de solubilidad en agua.

### 2.1.10 Contenido de polifenoles totales

El contenido de polifenoles totales se determinó mediante el método de Folin-Ciocalteu (Singleton et al., 1999). Brevemente, se mezclaron 400  $\mu\text{L}$  de cada muestra de jugo o polvo reconstituido con 2 mL de reactivo de Folin-Ciocalteu (Diluido 1:10). Luego, se agregaron 1.6 mL de carbonato de sodio (7% p/v) a cada muestra. Después de 30 min, se midió la absorbancia a 760 nm usando un espectrofotómetro (X-1200 Human Corporation, Loughborough, Reino Unido). Los resultados se expresaron como equivalentes de ácido gálico (EAG) por gramo de muestra seca (mg EAG/g).

### 2.1.11 Contenido de antocianinas monoméricas totales

Se midió el contenido total de antocianinas monoméricas del jugo y de los polvos mediante el método de pH diferencial (Giusti & Wrolstad, 2005). Las absorbancias se leyeron a 520 y 700 nm. La concentración de antocianinas se calculó y se expresó como cianidina 3-glucósido (C3G) por gramo de muestra seca (mg C3G/g) usando un coeficiente de extinción molar ( $\epsilon$ ) de  $26900 \text{ L}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$  y un peso molecular de  $449.2 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ .

### 2.1.12 Eficiencia de encapsulación

El cálculo de la eficiencia de encapsulación (EE) de los compuestos fenólicos y las antocianinas monoméricas se realizó empleando la siguiente ecuación (Ecuación 2-3):

$$EE(\%) = \frac{L_c}{L_0} * 100 \quad (0-3)$$

Dónde  $L_c$  y  $L_0$  corresponden al contenido de polifenoles o de antocianinas totales de los polvos y de las dispersiones de entrada, respectivamente.

### 2.1.13 Actividad antioxidante

La determinación de la actividad antioxidante se realizó mediante el método del radical libre DPPH• (Brand-Williams et al., 1995). Un volumen de 100  $\mu\text{L}$  de cada polvo reconstituido se mezcló con 3.9 mL del reactivo 2,2 difenil-1-picril hidrazilo (DPPH•) en solución etanólica (25 mg DPPH•/L). Luego de un tiempo de reacción de 30 min, se midió la absorbancia a 515 nm. Se realizó una curva de calibración utilizando ácido gálico como

estándar. Los resultados se expresaron como mg equivalentes de ácido gálico (EAG) por gramo de muestra seca (mg EAG/g).

### **2.1.14 Propiedades de flujo**

La densidad aparente y la densidad compactada se determinaron dejando caer libremente dentro de una probeta graduada una masa conocida de muestra en polvo. La densidad aparente se calculó como el cociente entre la masa y el volumen ocupado por la muestra. La densidad compactada se calculó como el cociente entre la masa y el volumen ocupado por la muestra, luego de golpear la probeta contra una superficie plana hasta alcanzar un volumen constante (López-Córdoba et al., 2014; Lopez Córdoba & Goyanes, 2017).

El índice de Hausner y el índice de Carr (compresibilidad) se estimaron de acuerdo con los procedimientos descritos por López-Córdoba y otros (2014). El índice de Hausner es utilizado comúnmente para clasificar un polvo como cohesivo o de flujo libre. Los polvos con índice de Hausner inferior a 1.25 fluyen libremente, mientras que aquellos con índice de Hausner mayores que 1.25 se consideran cohesivos (Barbosa Canovas et al., 2005). El índice de Carr es una medida de la capacidad de tienen las partículas de compactarse (compresibilidad). Índices de Carr menores del 10% indican que las partículas fluyen libremente, entre 11% y 15% se consideran de buena fluidez, entre 16% y 20% regular y superior al 31% muy mala fluidez (Pudziuvelyte et al., 2020).

El ángulo de reposo se determinó vertiendo una masa conocida de muestra a través de un embudo ubicado a una altura fija sobre una superficie horizontal plana de papel cuadriculado y se midió la altura (h) y el radio (r) del cono formado por el polvo. La tangente del ángulo de reposo está dada por la relación  $h/r$  (Rattes & Oliveira, 2007).

El ángulo de reposo está relacionado con la fricción entre partículas y es un indicador de fluidez excelente para ángulos entre 25° y 30°, buena de 31° a 35°, adecuada de 36° a 40° y aceptable de 41° a 45° (USP 30-NF 25, 2007).

### **2.1.15 Análisis estadístico**

El análisis estadístico se realizó utilizando el software Minitab v.16 (State College, PA, EE. UU.). Se realizaron análisis de varianza (ANOVA) y test de comparación de medias (Test

de Tukey), con un nivel de confianza del 95% ( $\alpha=0.05$ ). Los experimentos se realizaron al menos por triplicado, y los datos fueron reportados como la media  $\pm$  desviación estándar.

## 2.2 Resultados y discusión

### 2.2.1 Propiedades del jugo de agraz

El jugo de agraz mostró características fisicoquímicas y sensoriales similares a las del fruto de procedencia y la de otros frutos del género *Vaccinium* tales como el arándano azul (*Vaccinium corymbosum*) (Tabla 2-1). Varios estudios han reportado que los frutos de agraz maduros presentan las siguientes características: contenido de sólidos solubles: 12 -18°Brix, pH: 2.5 -3.0, contenido de sólidos secos: 17- 23%, contenido de antocianinas monoméricas totales:  $\sim 329 \pm 28$  mg C3G/100 g y contenido de compuestos fenólicos:  $\sim 758.6 \pm 62.3$  mg EAG/100 g (Franco Tobon et al., 2016; G. Astrid Garzón et al., 2020; Maldonado Celis et al., 2017) Casati y col. (2019) evaluaron las características fisicoquímicas de los jugos de frutos rojos cultivados en Argentina (arándano, saúco, grosella negra y maqui), encontrando contenidos de sólidos solubles que oscilaban entre 9.0 y 14.8°Brix, pH entre 3.4 y 4.2, actividad de agua entre 0.983 y 0.989, contenido de polifenoles totales entre 2970 y 9340 mg EAG/L y contenidos de antocianinas monoméricas totales entre 288 y 1795.4 mg C3G/L.

**Tabla 2-1.** Propiedades fisicoquímicas del jugo de agraz.

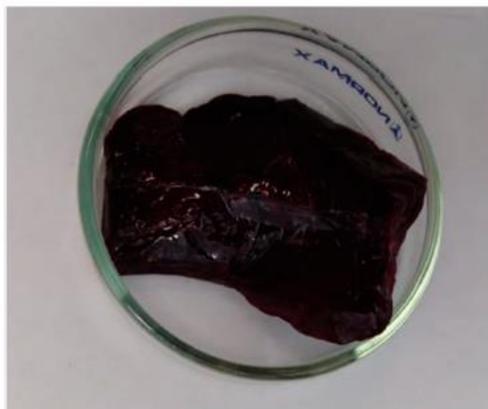
Propiedad Fisicoquímica	Valor
Sólidos Solubles (°Brix)	13.27 $\pm$ 0.05
Sólidos totales (%)	11.6 $\pm$ 0.3
pH	2.91 $\pm$ 0.07
Actividad de Agua	0.97 $\pm$ 0.01
Coordenadas de Color	L 22.7 $\pm$ 0.4
	a* 22.5 $\pm$ 0.4
	b* 7.8 $\pm$ 0.5
	h 19.2 $\pm$ 1.9
	C 23.2 $\pm$ 0.8

Propiedad Fisicoquímica	Valor
Polifenoles Totales (mg EAG/L)	2032.5 ± 41.7
Antocianinas Totales (mgC3G/L)	371.5 ± 20.1
Actividad Antioxidante DPPH• (mg EAG/g)	19.1 ± 0.3

EAG: equivalentes de ácido gálico; C3G: equivalentes de cianidina 3 glucósido.

En la Figura 2-2 se muestra una imagen de jugo de agraz liofilizado sin adición de maltodextrina como coadyuvante. El producto obtenido mostró una alta pegajosidad y una mala capacidad para fluir, siendo de difícil manipulación. Este comportamiento es similar a los reportados para otros jugos de fruta y ha sido atribuido a su alto contenido de de azúcares y ácidos orgánicos (Nicoletti Telis & Martinez Navarrete, 2012).

**Figura 2-2.** Imagen de jugo de agraz liofilizado sin adición de maltodextrina como coadyuvante.



### **2.2.2 Propiedades fisicoquímicas y morfológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización**

En la Figura 2-3 se muestran imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. Los productos obtenidos fueron de aspecto fino homogéneo y conservaron el color característico del jugo de agraz. Además, a diferencia

del jugo de agraz liofilizado sin maltodextrina, estos polvos fueron fácilmente manejables y no se adherían a las superficies.

**Figura 2-3** Imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización



Las coordenadas de color CIELAB de los polvos de jugo de agraz se muestran en la Tabla 2-2. La luminosidad de los polvos de jugo de agraz aumentó cuando la concentración de maltodextrina se incrementó del 20% al 40%. Por encima de esta cantidad de material, se observó una ligera disminución de este parámetro (Tabla 2-2). Otros autores también han descrito una mayor luminosidad tras la adición de mayores cantidades de maltodextrina (Tkacz et al., 2020).

El ángulo del tono (h) y el croma son atributos de color muy importantes que caracterizan la percepción y la pureza e intensidad del color, respectivamente. Todos los polvos mostraron valores de ángulo de tono cercanos al rojo ( $h=0$ ) (Tabla 2-2).

Las muestras con maltodextrina al 20% mostraron los valores más altos de croma, indicando una mayor intensidad de color. Por encima de esta concentración, no se observaron diferencias significativas entre los valores de croma de las muestras (Tabla 2-2). Como se esperaba, las muestras con mayor concentración de jugo de agraz (maltodextrina al 20%) mostraron los valores más altos en la coordenada  $a^*$ , indicando una coloración más rojiza (Tabla 2-2).

**Tabla 2-2.** Parámetros de color de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.

Concentración maltodextrina (%)	L*	a*	b*	h°	Croma
20	47.2 ± 0.8 <sup>a</sup>	42.3 ± 0.5 <sup>a</sup>	2.6 ± 0.4 <sup>a</sup>	3.6 ± 0.5 <sup>a</sup>	42.3 ± 0.5 <sup>a</sup>
30	54.2 ± 0.6 <sup>b</sup>	36.6 ± 0.3 <sup>b</sup>	1.4 ± 0.1 <sup>b</sup>	2.2 ± 0.2 <sup>b</sup>	36.6 ± 0.3 <sup>b</sup>
40	56.7 ± 1.1 <sup>c</sup>	35.6 ± 0.6 <sup>b</sup>	3.4 ± 0.4 <sup>a</sup>	5.5 ± 0.6 <sup>c</sup>	35.8 ± 0.6 <sup>b</sup>
50	52.7 ± 1.7 <sup>b</sup>	38.0 ± 2.7 <sup>b</sup>	2.9 ± 0.4 <sup>a</sup>	4.3 ± 0.7 <sup>b</sup>	38.1 ± 2.7 <sup>b</sup>

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

El contenido de humedad de los polvos liofilizados de jugo de agraz varió entre el 4.3% y 8.6% y la actividad del agua entre 0.27 y 0.52 (Tabla 2-3). Como es conocido, la vida útil de los productos secos está estrechamente relacionada con un menor contenido de humedad y actividad de agua. Se ha reportado que, en alimentos en polvo con baja actividad de agua ( $a_w < 0.6$ ), no se produce proliferación microbiana y el producto podría ser considerado estable (Tapia et al., 2020). Resultados similares a los del presente estudio fueron reportados por Caliskan & Dirim (2016) para polvos de extracto de zumaque (*Rhus coriaria* L.).

**Tabla 2-3** Actividad de agua, contenido de humedad y solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.

Concentración maltodextrina (%)	Actividad de agua	Humedad (%)	Solubilidad (%)
20	0.31 ± 0.03 <sup>a</sup>	6.1 ± 0.4 <sup>a</sup>	94.6 ± 0.4 <sup>a</sup>
30	0.27 ± 0.01 <sup>a</sup>	4.3 ± 0.1 <sup>b</sup>	93.2 ± 0.9 <sup>a</sup>
40	0.41 ± 0.05 <sup>b</sup>	5.4 ± 0.1 <sup>a,b</sup>	92.8 ± 0.8 <sup>a</sup>
50	0.52 ± 0.01 <sup>c</sup>	8.6 ± 0.3 <sup>c</sup>	91.1 ± 0.5 <sup>a</sup>

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

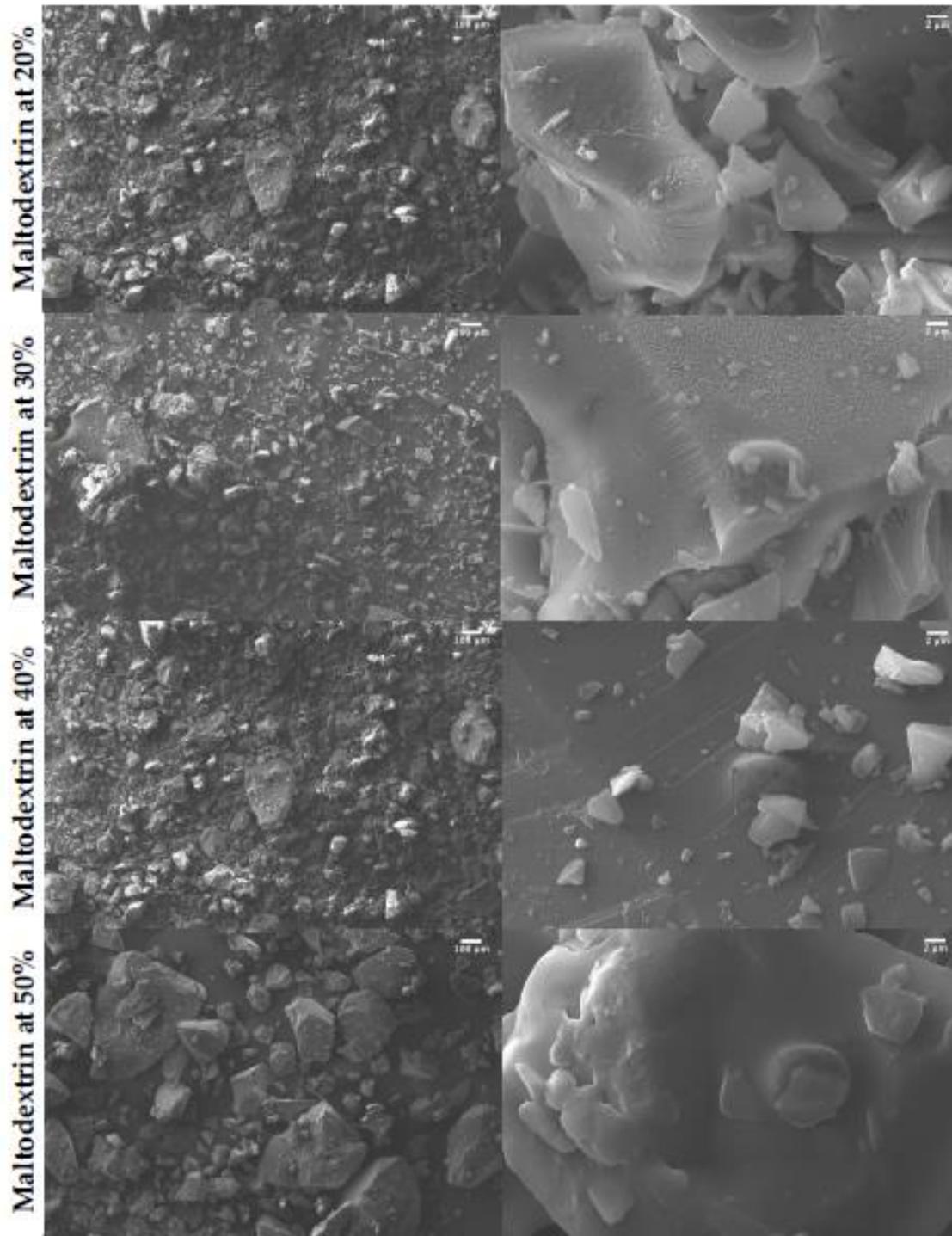
La solubilidad en agua de los polvos liofilizados es una medida importante para predecir su comportamiento cuando se incorporen en sistemas alimentarios (Caliskan & Dirim, 2016). Todos los polvos de jugo de agraz liofilizados mostraron una solubilidad en agua

similar (~ 93%), independientemente de la concentración de maltodextrina usada (Tabla 2-3). Este comportamiento puede atribuirse a la alta solubilidad del jugo de agraz y de la maltodextrina en agua. Franceschinis y col. (2014) reportaron un porcentaje de solubilidad en agua de casi el 100% para polvos de jugo de zarzamora obtenidos por liofilización y secado por atomización. Varios autores han indicado que la solubilidad en agua de los polvos liofilizados depende de la morfología, el tamaño de partícula, los espacios vacíos entre partículas y las propiedades de los materiales encapsulantes (Lopez Córdoba & Goyanes, 2017).

La microestructura de los polvos de jugos de fruta liofilizados influye sobre su capacidad de reconstitución en agua, fluidez y otras características tecno-funcionales (Sarabandi et al., 2018). Aunque la morfología depende principalmente de la técnica de secado y del tipo y la concentración de agente encapsulante usado, esta también puede variar debido a las posibles interacciones entre el extracto y el encapsulante.

La Figura 2-4 muestra micrografías SEM de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. Todas las imágenes muestran la morfología típica de polvos liofilizados, con forma de un vidrio fragmentado (Fredes et al., 2018; Pudziuvelyte et al., 2020). Las diferencias observadas en el tamaño de las partículas podrían atribuirse a la molienda de las tortas a la salida del liofilizador (Mahdavee Khazaei et al., 2014). González-Ortega y col. (2020) encapsularon extracto de hoja de olivo por liofilización y reportaron que la porosidad de la torta a la salida del liofilizador se debe a la sublimación del hielo, que da lugar a una matriz cristalina que contiene celdas de aire cuyo tamaño y forma dependían de las condiciones de procesamiento utilizadas y de la composición inicial del sistema.

**Figura 2-4** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.



La Figura 2-5 muestra los espectros de infrarrojo del jugo de agraz, la maltodextrina y los polvos de jugo de agraz con distintas concentraciones de maltodextrina obtenidos mediante liofilización. El espectro del jugo de agraz mostró bandas a  $1712\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a los enlaces  $\text{-C=O}$ , y a  $1630\text{ cm}^{-1}$  y  $1521\text{ cm}^{-1}$  asociadas con las vibraciones de los grupos  $\text{C=C}$  de los compuestos polifenólicos de extractos de frutos ricos en antocianinas (Alzate-Arbeláez et al., 2019). A su vez, los espectros de todos los polvos de jugo de agraz mostraron las bandas características de maltodextrina a  $3300\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{O-H}$ ),  $2905\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento asimétrico  $\text{C-H}_2$ ),  $1641\text{ cm}^{-1}$  (grupos carboxilo libres),  $1150\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C-O}$ ),  $1005\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C-O}$ ) y  $929\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C-O-C}$  de enlace glicosídico;  $\text{CH}_2$  flexión fuera del plano) (Ballesteros et al., 2017). Las bandas de absorción características del jugo de agraz también se detectaron en los polvos liofilizados (Figura 2-5).

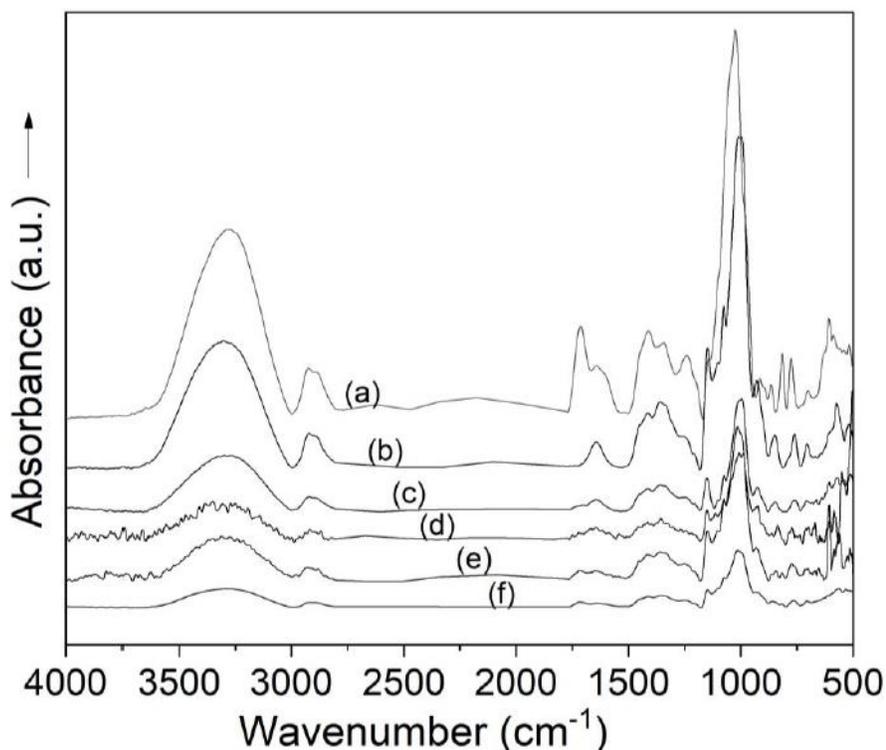
La absorbancia de las bandas localizadas a  $1630$ ,  $1521$ ,  $1410$  y  $1024\text{ cm}^{-1}$ , asociadas a los compuestos fenólicos, y en particular a la presencia de antocianinas (Alzate-Arbeláez et al., 2019), mostraron aparentemente una correspondencia con el contenido de jugo de los polvos, lo que indica que las mediciones FTIR-ATR podrían utilizarse como técnica rápida para evaluar el contenido real de jugo en este tipo de ingredientes.

No se detectaron señales distintas a las del jugo de agraz y la maltodextrina, lo que indica que no hubo interacción química entre los componentes del polvo.

### **2.2.3 Propiedades tecnológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización**

La Tabla 2-4 muestra las propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con diferentes concentraciones de maltodextrina obtenidos mediante liofilización. La densidad aparente de los polvos liofilizados aumentó con el aumento en la concentración de maltodextrina, es decir, las muestras con menor concentración de maltodextrina mostraron mayor cohesión. Los resultados obtenidos fueron similares a los determinados para polvos liofilizados de infusiones de canela ( $536\text{--}554\text{ kg/m}^3$ ) (Santiago-Adame et al., 2015) y jugo de espino amarillo ( $512.7\text{ kg/m}^3$ ) (Tkacz et al., 2020).

**Figura 2-5** Espectro FTIR de: (a) jugo de agraz; (b) maltodextrina; polvos de jugo de agraz con maltodextrina (c) 20%, (d) 30%, (e) 40% y (f) 50% obtenidos mediante liofilización.



Todos los polvos mostraron un aumento en su densidad luego de ser compactados (Tabla 2-4), sugiriendo la presencia de fuerzas atractivas y fricción (Lopez Córdoba & Goyanes, 2017). Por otro lado, las muestras con una concentración de maltodextrina de 40% y 50% mostraron menores valores de ángulo de reposo e índices de Hausner y Carr que los polvos con 20% y 30% de material de pared, lo que indica mejores propiedades de fluidez a mayores concentraciones de maltodextrina (Tabla 2-4). Similares observaciones fueron reportadas por Caliskan & Dirim (2016) al analizar el efecto de la adición de diferentes cantidades de maltodextrina sobre las propiedades de flujo de polvo de zumaque liofilizado.

**Tabla 2-4** Propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.

Concentración maltodextrina (%)	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad compactada (kg/m <sup>3</sup> )	Índice de Hausner	Índice de Carr (%)	Ángulo de reposo (°)
20	470 ± 24 <sup>a</sup>	545 ± 44 <sup>a</sup>	1.2 ± 0.1 <sup>a,b</sup>	20.7 ± 2.6 <sup>a</sup>	35.4 ± 0.3 <sup>a</sup>
30	502 ± 20 <sup>a</sup>	615 ± 17 <sup>b</sup>	1.2 ± 0.1 <sup>a</sup>	15.6 ± 0.4 <sup>b</sup>	37.0 ± 0.5 <sup>a</sup>

Concentración maltodextrina (%)	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad compactada (kg/m <sup>3</sup> )	Índice de Hausner	Índice de Carr (%)	Ángulo de reposo (°)
40	585 ± 35 <sup>b</sup>	674 ± 39 <sup>c</sup>	1.1 ± 0.1 <sup>a,b</sup>	11.6 ± 0.7 <sup>c</sup>	36.3 ± 1.1 <sup>a</sup>
50	595 ± 41 <sup>b</sup>	650 ± 43 <sup>b,c</sup>	1.1 ± 0.1 <sup>b</sup>	6.1 ± 0.2 <sup>d</sup>	27.0 ± 0.9 <sup>b</sup>

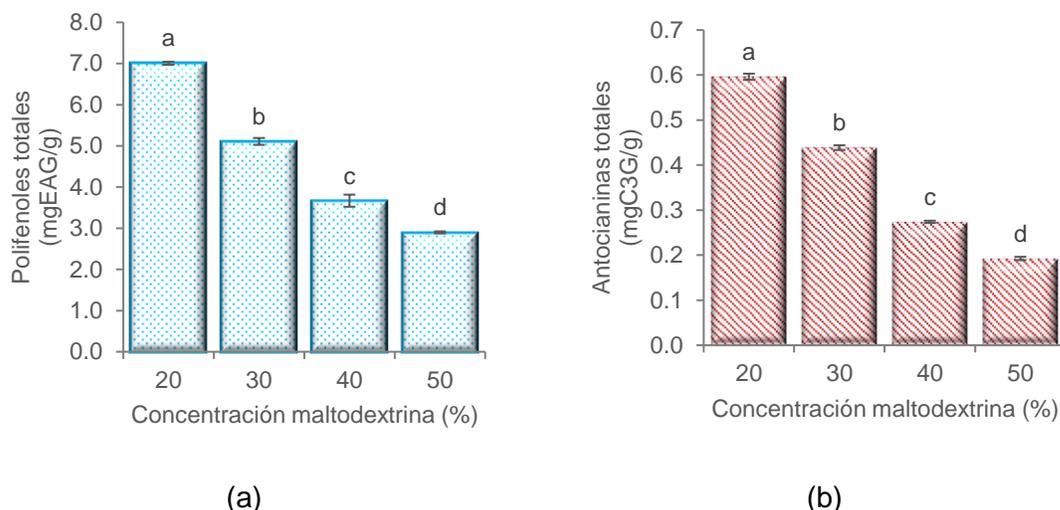
Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

### 2.2.4 Contenido de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante (DPPH) de polvos de jugo de agraz con maltodextrina

La Figura 2-6 muestra el contenido de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización. En general, se observó una disminución en el contenido de polifenoles y de antocianinas totales a medida que aumentó la concentración de maltodextrina en las formulaciones. Los polvos mostraron contenidos de polifenoles totales entre 2.9 y 7.0 mg EAG/g y de antocianinas monoméricas entre 0.19 y 0.60 mg de C3G/g. Casati y col. (2019) reportaron contenidos similares de polifenoles totales (7.69 mg EAG/g) y de antocianinas monoméricas totales (0.74 mg C3G/g) para polvos de jugo de arándano (*Vaccinium corymbosum*) con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.

Por otro lado, la eficiencia de encapsulación de polifenoles totales de los polvos liofilizados de jugo de agraz incrementó significativamente a medida que aumentó la concentración de maltodextrina empleada en las formulaciones (Figura 2-7). En todos los casos se obtuvieron porcentajes de retención de compuestos fenólicos superiores al 70%, con una mayor eficiencia de encapsulación en los polvos con 50% de maltodextrina.

**Figura 2-6** Contenido de polifenoles totales (a) y de antocianinas monoméricas totales (b) de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.

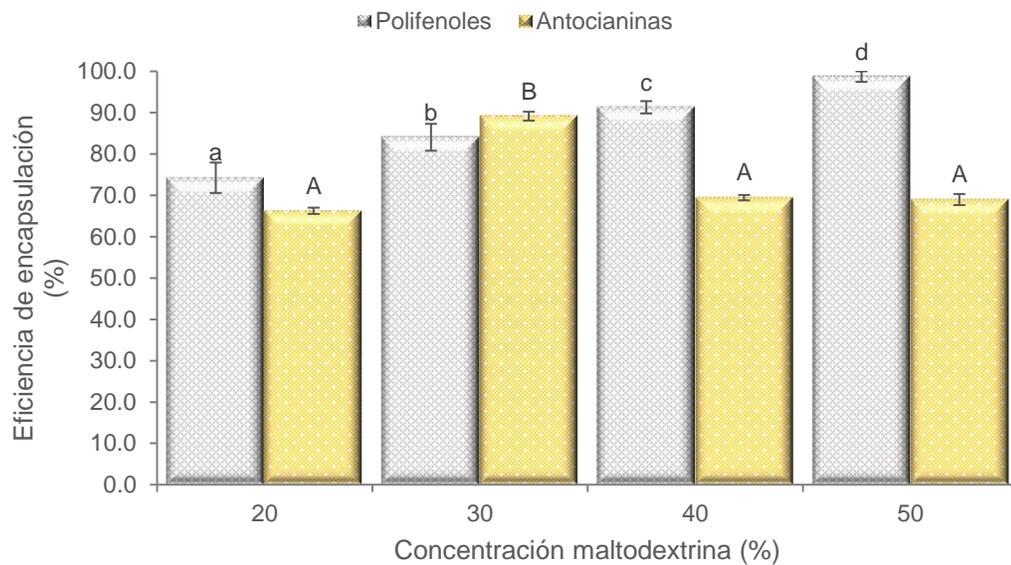


EAG: equivalentes de ácido gálico; C3G: cinidina 3 glucósido. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

La eficiencia de encapsulación de antocianinas monoméricas incrementó significativamente en los casos en los que la concentración de maltodextrina aumentó del 20% al 30% (Figura 2-7). Sin embargo, por encima de esta concentración, se observó una disminución significativa en este parámetro. Romero-González y col. (2020) encontraron que la eficiencia de encapsulación de antocianinas de polvos de jugo de maqui liofilizados disminuyó cuando usaron mayores concentraciones de agentes encapsulantes (maltodextrina, goma arábica, inulina y sus mezclas). Franceschinis y col. (2014) reportaron porcentajes de retención de polifenoles totales de 73% y de antocianinas del 75% para polvos de mora liofilizados con maltodextrina.

La Figura 2-8 muestra la actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos liofilizados obtenidos utilizando diferentes concentraciones de maltodextrina (MD). La capacidad antioxidante de los polvos liofilizados aumentó a medida que disminuyó la concentración de maltodextrina en la formulación.

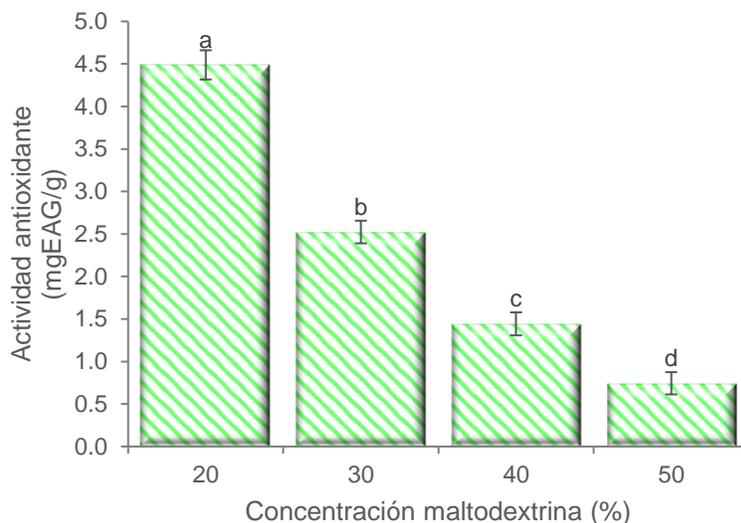
**Figura 2-7** Eficiencia de encapsulación de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización.



Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ), para cada parámetro evaluado.

Se encontró una alta correlación ( $R^2 = 0.99$ ) entre el contenido de polifenoles totales (Figura 2-6) y la actividad antioxidante (Figura 2-8) del polvo de jugo de agraz. Esta correlación entre el contenido de polifenoles y la capacidad antioxidante también fue observada por Garrido Makinistian y col. (2019) para polvos de jugo de maqui obtenidos mediante secado por atomización. Garzón y col. (2010) reportaron que la alta actividad antioxidante de los frutos de agraz podría deberse a la concentración y a la estructura química de sus compuestos fenólicos. Estos autores detectaron mediante cromatografía líquida (HPLC-DAD) y espectrometría de masas (ESI-MS/MS) la presencia de compuestos bioactivos con una fuerte actividad antioxidante en frutos de agraz, tales como los monoglucósidos de cianidina y delphinidina, ácido clorogénico y quercetina.

**Figura 2-8** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina obtenidos mediante liofilización



EAG: equivalentes de ácido gálico; C3G: cinidina 3 glucósido. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

## 2.3 Conclusiones

Los polvos obtenidos mediante liofilización de jugos de agraz sin el uso de coadyuvantes mostraron alta pegajosidad y fueron de difícil manipulación, mientras que el uso de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina permitió la obtención de productos con buena fluidez y con características fisicoquímicas deseables tales como baja actividad acuosa y alta solubilidad en agua.

La cantidad de maltodextrina utilizada en las formulaciones afectó significativamente la luminosidad, la densidad aparente, el contenido de polifenoles y de antocianinas monoméricas totales y la actividad antioxidante de los polvos de jugo de agraz liofilizados. Los productos obtenidos a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina al 30% y 50% mostraron mayores eficiencias de encapsulación de antocianinas monoméricas y polifenoles totales, respectivamente. La actividad antioxidante del jugo de agraz liofilizado mostró una alta correlación con su contenido de compuestos fenólicos. No se observaron cambios en la conformación química del jugo de agraz, independientemente de la concentración de maltodextrina usada. Estos resultados sugieren que los polvos

producidos podrían emplearse como ingredientes funcionales para la formulación de nuevos alimentos.

# Capítulo III. POLVOS DE JUGO DE AGRAZ CON MALTODEXTRINA Y/O GOMA ARÁBIGA OBTENIDOS MEDIANTE LIOFILIZACIÓN

## Introducción

El uso de mezclas de coadyuvantes es una de las estrategias comúnmente utilizadas para la obtención de polvos de jugo de fruta mediante las tecnologías de liofilización y secado por atomización (Sharif et al., 2020). A pesar de que la maltodextrina es uno de los materiales más empleados como coadyuvante de deshidratación de jugos de fruta, este material presenta como principales desventajas una baja capacidad de emulsificación y baja retención de compuestos volátiles, por tal motivo, se utiliza en mezclas con otros agentes encapsulantes tales como goma arábica, caseinato de sodio y trealosa (Fernandes et al., 2014; González-Ortega et al., 2020; Stoll et al., 2017). De los coadyuvantes que han sido mezclados con maltodextrina, la goma arábica es reconocida por su buena capacidad emulsificante y porque permite la obtención de formulaciones con baja viscosidad (Archaina, Vasile, Jiménez-Guzmán, et al., 2019). Pudziuelyte y col. (2020) obtuvieron polvos liofilizados de extracto etanólico de *Elsholtzia ciliata* utilizando de forma individual o combinada los siguientes coadyuvantes: leche descremada, caseinato de sodio, goma arábica, maltodextrina,  $\beta$ -ciclodextrina y maltodextrina resistente. Estos autores encontraron que los polvos con mezclas de coadyuvantes mostraron menor contenido de humedad (~4%) que las muestras con maltodextrina (~5%) y goma arábica (~9%) por separado. Sin embargo, las mezclas mostraron mayor índice de compresibilidad indicando menor fluidez. Además, los polvos de caseinato de sodio, solo o combinado con

maltodextrina, mostraron los valores más altos de eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos. Jafari y col. (2016) liofilizaron extractos de pétalos de azafrán usando maltodextrina y mezclas de maltodextrina y goma arábica en proporción 50:50 encontrando que la combinación de agentes encapsulantes permitió obtener polvos con menor actividad acuosa y mayor densidad aparente en comparación con las muestras con solo maltodextrina. Además, los polvos con maltodextrina y goma arábica mostraron una mayor coloración roja (coordinada a\*), indicando un mayor contenido de antocianinas. Resultados similares fueron reportados por Mahdavee Khazaei y col. (2014) cuando liofilizaron extractos de antocianinas de pétalos de azafrán con goma arábica, maltodextrina DE 7, maltodextrina DE 20 y sus mezclas.

En el presente capítulo se obtuvieron polvos liofilizados de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y sus mezclas en diferentes proporciones (MD:GA 25:75, MD:GA 50:50 y MD:GA 75:25). Los productos se caracterizaron en términos de su eficiencia de encapsulación de compuestos bioactivos, características fisicoquímicas y propiedades tecnológicas.

## **3.1 Materiales y métodos**

### **3.1.1 Materiales**

Se empleó jugo de agraz con las siguientes características: sólidos solubles 13.27°Brix; pH: 2.9; contenido de polifenoles totales: 2032.5 mg EAG/L; contenido de antocianinas totales: 371.5 mg C3G/L; y actividad antioxidante (método DPPH•): 19.1 mg EAG/g (Tabla 2-1). Los coadyuvantes empleados fueron maltodextrina (DE 18-22) y goma arábica adquiridas en Tecnas S.A. Todos los demás reactivos usados fueron de grado analítico.

### 3.1.2 Preparación de las formulaciones de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica

Se prepararon distintas formulaciones mezclando jugo de agraz (J) con maltodextrina (MD) y/o goma arábica (GA) en las proporciones que se muestran en la Tabla 3-1.

**Tabla 3-1** Formulaciones empleadas para la preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización

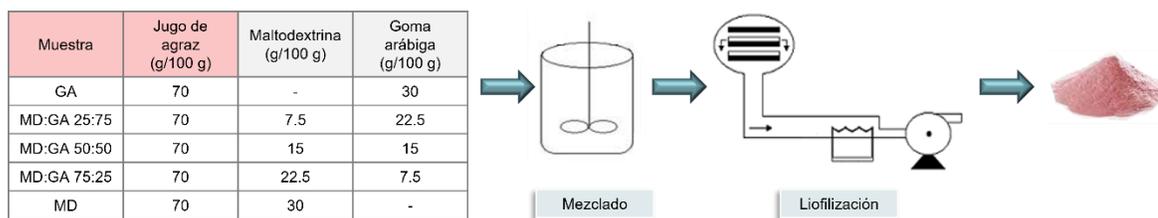
Formulación (MD:GA)	Jugo de agraz (g/100 g)	Maltodextrina (g/100 g)	Goma Arábica (g/100 g)
GA	70	-	30
MD:GA 25:75	70	7.5	22.5
MD:GA 50:50	70	15	15
MD:GA 75:25	70	22.5	7.5
MD	70	30	-

La disolución de los coadyuvantes en el jugo de agraz se realizó bajo agitación continua a 800 rpm empleando un agitador vertical EUROSTAR 20 (IKA, Staufen, Alemania).

### 3.1.3 Liofilización

Las formulaciones homogeneizadas se vertieron sobre bandejas de aluminio, se congelaron a -24 °C durante 24 h y finalmente se liofilizaron usando un equipo BÜCHI Lyovapor L-200 (Flawil Suiza), operando a -55°C, con una presión de 0.1 mbar durante 48 h (Figura 3-1). Los productos obtenidos se molieron con un molino de cafe (Cuisinart Stamford CT. USA) y se almacenaron en recipientes herméticos para su posterior análisis.

**Figura 3-1.** Proceso de preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización



### 3.1.4 Caracterización de los productos obtenidos

Los polvos obtenidos se caracterizaron siguiendo los protocolos descritos en la sección de “Materiales y métodos” del Capítulo II: FTIR (apartado 2.1.5), color (apartado 2.1.6), análisis morfológico (apartado 2.1.7), contenido de humedad y actividad de agua (apartado 2.1.8), solubilidad en agua (apartado 2.1.9), contenido de polifenoles totales (apartado 2.1.10), contenido de antocianinas monoméricas totales (apartado 2.1.11), eficiencia de encapsulación (apartado 2.1.12), actividad antioxidante (apartado 2.1.13) y propiedades de flujo (apartado 2.1.14).

Los experimentos se realizaron al menos por triplicado, y los datos fueron reportados como la media  $\pm$  desviaciones estándar. El análisis de varianza (ANOVA) y la prueba comparativa por pares de Tukey se llevaron a cabo utilizando un nivel de confianza del 95%. El análisis estadístico se realizó utilizando el software estadístico Minitab v.16 (State College, PA, EE. UU.).

## 3.2 Resultados y discusión

En la Figura 3-2 se muestran imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. Los productos obtenidos fueron de aspecto fino homogéneo y conservaron el color característico del jugo de agraz. Además, a diferencia del jugo de agraz liofilizado sin maltodextrina, estos polvos fueron fácilmente manejables y no se adherían a las superficies (Figura 3-2).

**Figura 3-2.** Imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización



### 3.2.1 Propiedades fisicoquímicas y morfológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización

Las coordenadas de color CIELAB de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización se muestran en la Tabla 3-2. La luminosidad ( $L^*$ ) de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina fue mayor que la de los polvos con goma arábica ( $p < 0.05$ ) (Tabla 3-2). En el caso de los polvos de jugo de agraz con mezclas de maltodextrina y goma arábica, se obtuvieron valores de luminosidad intermedios entre los polvos sin mezcla de agentes encapsulantes. Todas las muestras mostraron valores de  $a^*$  mayores que 35 y ángulos de todo ( $h^\circ$ ) menores que 10, que son característicos de coloraciones rojizas relacionadas con la presencia de antocianinas del jugo de agraz (Mansour et al., 2020; Nogueira et al., 2019).

**Tabla 3-2.** Parámetros de color de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.

Muestras	$L^*$	$a^*$	$b^*$	$h^\circ$	Croma
GA	$51.2 \pm 1.0^a$	$35.1 \pm 1.4^a$	$3.4 \pm 0.3^b$	$5.7 \pm 0.9^b$	$35.3 \pm 3.4^a$
MD:GA 25:75	$54.2 \pm 0.9^{b,c}$	$36.6 \pm 1.0^{a,b}$	$1.9 \pm 0.4^a$	$2.9 \pm 0.7^a$	$36.7 \pm 1.0^{a,b}$
MD:GA 50:50	$55.2 \pm 0.4^c$	$38.9 \pm 0.5^b$	$1.8 \pm 0.2^a$	$2.7 \pm 0.4^a$	$39.0 \pm 0.5^b$
MD:GA 75:25	$53.4 \pm 0.7^b$	$39.1 \pm 0.8^b$	$1.9 \pm 0.1^a$	$2.8 \pm 0.2^a$	$39.1 \pm 0.8^b$
MD	$54.2 \pm 0.6^{b,c}$	$36.6 \pm 0.3^{a,b}$	$1.4 \pm 0.1^a$	$2.2 \pm 0.2^a$	$36.6 \pm 0.3^{a,b}$

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

En la Tabla 3-3 se muestra la actividad de agua, el contenido de humedad y la solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. Todas las muestras mostraron contenidos de humedad entre el 4 y el 5%. Además, los polvos de jugo de agraz con goma arábica o sus mezclas con maltodextrina mostraron menor actividad acuosa que los polvos con solo maltodextrina. Este comportamiento pudo ser debido a que la goma arábica, al ser un hidrocoloide, posee una alta capacidad de ligar agua y por eso disminuye la cantidad de agua libre presente en cada sistema. Resultados similares de contenido de humedad y actividad acuosa han sido reportados en estudios de encapsulación de extractos de antocianinas provenientes de pétalos de azafrán (Mahdavee Khazaei et al., 2014).

Los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica mostraron una alta solubilidad en agua (>91.9%), siendo mayor este parámetro en los polvos con mezclas de los dos coadyuvantes. Yu & Lv (2019) reportaron porcentajes de solubilidad similares para polvos liofilizados de extractos de antocianinas de rosa con maltodextrina y goma arábica, y este comportamiento fue atribuido a la estructura porosa, que da lugar a una mayor área superficial disponible para la hidratación en los liofilizados con encapsulante.

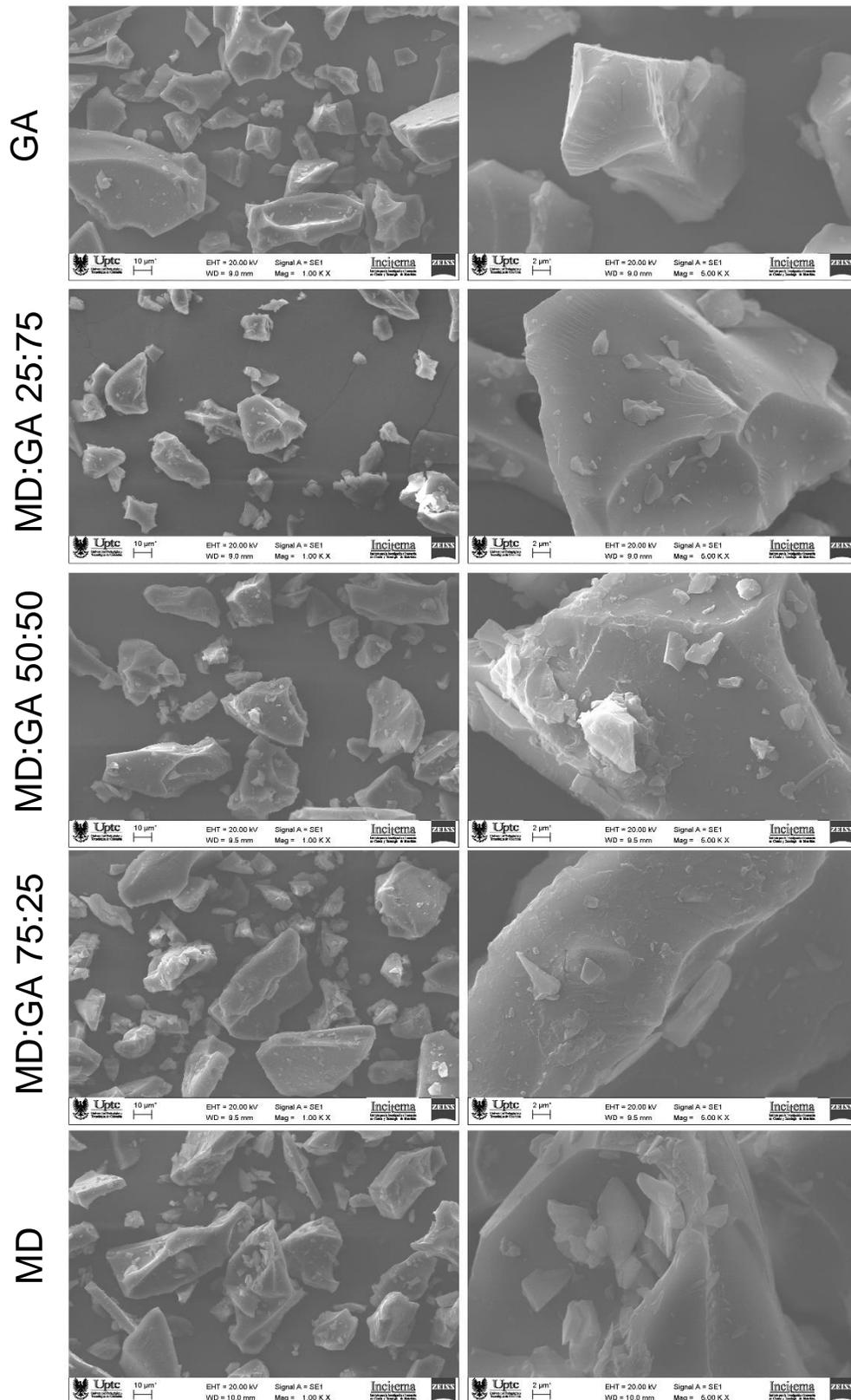
**Tabla 3-3.** Actividad de agua, contenido de humedad y solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.

Muestras	Actividad de agua	Humedad (%)	Solubilidad (%)
GA	0.11 ± 0.01 <sup>a</sup>	4.2 ± 0.2 <sup>a</sup>	91.9 ± 1.7 <sup>a</sup>
MD:GA 25:75	0.15 ± 0.01 <sup>b</sup>	4.7 ± 0.4 <sup>a,b</sup>	95.8 ± 0.7 <sup>b</sup>
MD:GA 50:50	0.13 ± 0.01 <sup>a</sup>	4.2 ± 0.2 <sup>a</sup>	94.9 ± 0.3 <sup>a,b</sup>
MD:GA 75:25	0.21 ± 0.01 <sup>c</sup>	5.0 ± 0.1 <sup>b</sup>	94.5 ± 0.5 <sup>a,b</sup>
MD	0.27 ± 0.01 <sup>d</sup>	4.3 ± 0.1 <sup>a</sup>	93.2 ± 0.9 <sup>a,b</sup>

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

En la Figura 3-3 se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos obtenidos mediante liofilización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica. Los polvos de jugo de agraz con los diferentes agentes encapsulantes mostraron la morfología típica de productos liofilizados, con forma de un vidrio fragmentado (Fredes et al., 2018; Pudziuvelyte et al., 2020). Además, las muestras presentaron diferencias en el tamaño de las partículas atribuidas a la etapa de molienda (Mahdavee Khazaei et al., 2014).

**Figura 3-3.** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o arábigo obtenidos mediante liofilización.



Los espectros de FTIR de los materiales de encapsulación utilizados y de los polvos liofilizados de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica se muestran en la Figura 3-4.

El espectro del jugo de agraz mostró bandas a  $3298\text{ cm}^{-1}$  correspondiente al estiramiento de grupos  $\text{-OH}$ , a  $1712$ ,  $1630$  y  $1521\text{ cm}^{-1}$  asociada al estiramiento de dobles enlaces  $\text{C}=\text{C}$  y a  $1024\text{ cm}^{-1}$  asociada al estiramiento de los grupos  $\text{C-O}$  de los alcoholes (Alzate-Arbeláez et al., 2019).

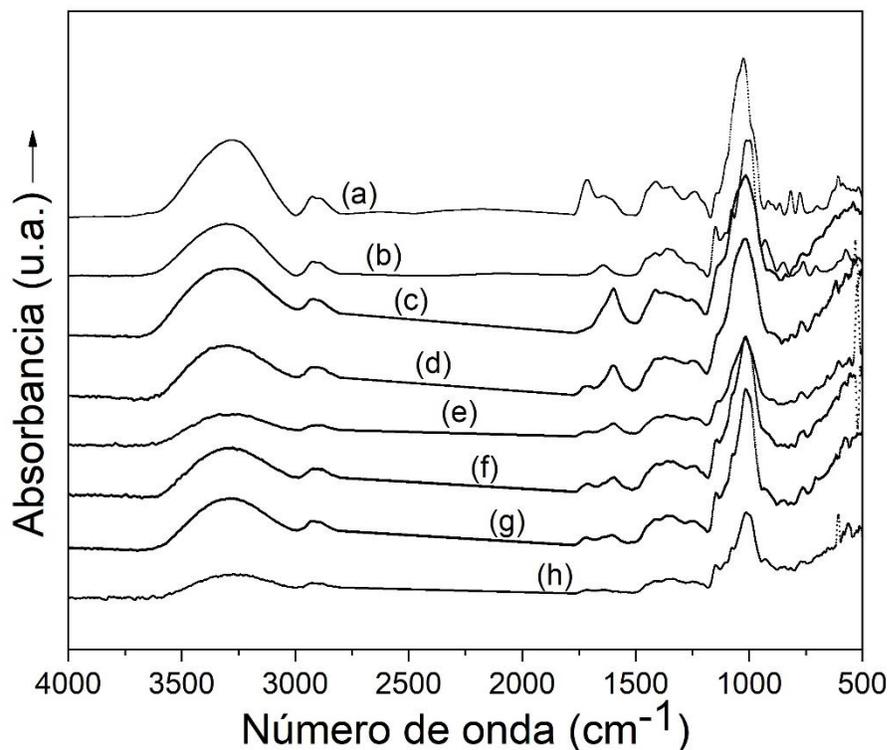
El espectro de la maltodextrina mostró bandas a  $3300\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{O-H}$ ),  $2905\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento asimétrico  $\text{C-H}_2$ ),  $1641\text{ cm}^{-1}$  (grupos carboxilo libres),  $1150\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C-O}$ ),  $1005\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C-O}$ ) y  $929\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C-O-C}$  de enlace glicosídico;  $\text{CH}_2$  flexión fuera del plano) (Ballesteros et al., 2017; Tao et al., 2017).

La goma arábica mostró un espectro similar al de maltodextrina con bandas a  $3429\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{O-H}$ ),  $2930\text{ cm}^{-1}$  (pico de baja intensidad relacionado con grupos carboxilo libres),  $1590\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento  $\text{C=O}$ ) y a  $1039\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento de grupos  $\text{C-O}$ ) (Mansour et al., 2020; Xue et al., 2019).

Los espectros de los polvos de jugo de agraz con diferentes relaciones de maltodextrina y goma arábica (GA, MD:GA 25:75, MD:GA 50:50, MD:GA 75:25 y MD) presentaron las mismas bandas características de los ingredientes que los componían, por lo cual no se observaron indicios de interacciones químicas entre los compuestos de pared y los compuestos característicos del jugo de agraz.

Debido a la similitud de los espectros en esta región del infrarrojo medio para los dos materiales encapsulantes, los espectros de los polvos con diferentes proporciones de maltodextrina y goma arábica fueron también muy similares.

**Figura 3-4.** Espectros FTIR de: (a) jugo de agraz; (b) maltodextrina; (c) goma arábica; polvos de jugo de agraz con: (d) GA, (e) MD:GA 25:74, (f) MD:GA 50:50, (g) MD:GA 75:25 y (h) MD obtenidos mediante liofilización.



### 3.2.2 Propiedades tecnológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización

En la Tabla 3-4 se muestran las propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. Los polvos de jugo de agraz con goma arábica (GA) y las mezclas MD:GA 25:75, MD:GA 50:50 y MD:GA 75:25 mostraron similares valores de densidad aparente. Mientras que las mezclas MD:GA 75:25 mostraron valores más bajos de densidad aparente que los polvos con solo maltodextrina (MD). Por otro lado, los polvos con goma arábica (GA) o maltodextrina (MD) mostraron similares valores de densidad compactada. Mientras que las mezclas MD:GA 25:75 mostraron un aumento en este parámetro respecto de los polvos con solo maltodextrina (MD). Todas las muestras mostraron ángulos de reposo y valores de índice de Hausner y

de Carr característicos de materiales con buena fluidez. En particular, los polvos de jugo de agraz con solo maltodextrina (MD) mostraron los valores más bajos de ángulo de reposo y de índice de Carr, indicando mejores propiedades de flujo, en comparación con los polvos de jugo de agraz con goma arábica (GA) o sus mezclas con maltodextrina (MD:GA 25:75, MD:GA 50:50 y MD:GA 75:25). Pudziuelyte y col. (2020) reportaron que el uso de maltodextrina sola en comparación con el uso de mezclas de maltodextrina con otros ingredientes da lugar a mejores índices de Hausner y Carr, cuando liofilizaron extracto de *Elsholtzia ciliata*.

**Tabla 3-4.** Propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.

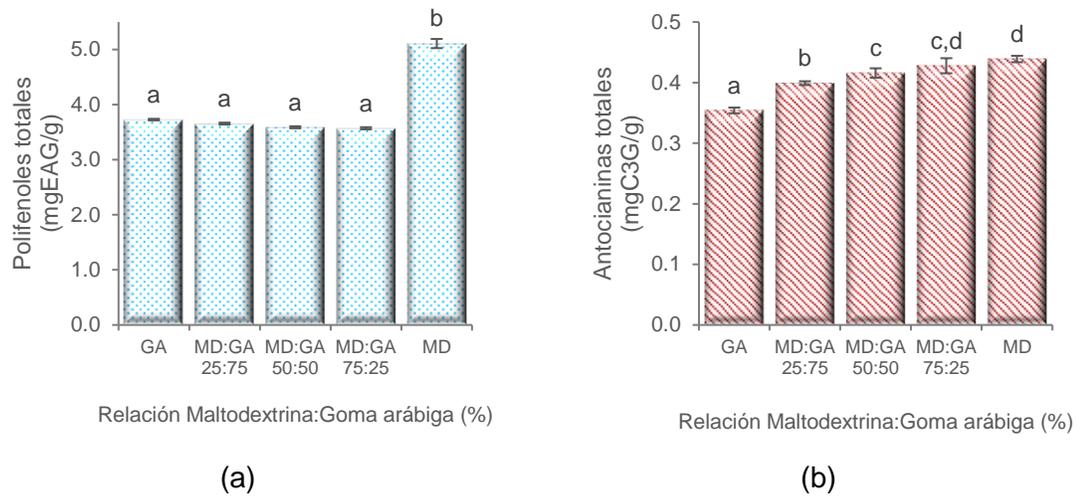
Relación MD:GA	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad compactada (kg/m <sup>3</sup> )	Índice de Hausner	Índice de Carr (%)	Ángulo de reposo (°)
GA	402 ± 4.6 <sup>ab</sup>	423 ± 2.8 <sup>abc</sup>	1.05±0.02 <sup>ab</sup>	5.00 ± 1.1 <sup>ab</sup>	30.51 ± 1.5 <sup>b</sup>
MD:GA 25:75	404 ± 2.5 <sup>ab</sup>	430 ± 3.9 <sup>c</sup>	1.06±0.01 <sup>b</sup>	5.97 ± 0.6 <sup>b</sup>	28.62 ± 0.8 <sup>b</sup>
MD:GA 50:50	407 ± 3.1 <sup>ab</sup>	425 ± 4.3 <sup>bc</sup>	1.04±0.01 <sup>ab</sup>	4.15 ± 0.7 <sup>ab</sup>	28.81 ± 2.5 <sup>b</sup>
MD:GA 75:25	395 ± 6.2 <sup>a</sup>	414 ± 6.0 <sup>a</sup>	1.04±0.02 <sup>ab</sup>	4.61 ± 1.2 <sup>ab</sup>	28.46 ± 3.5 <sup>b</sup>
MD	410 ± 9.5 <sup>b</sup>	416 ± 5.8 <sup>ab</sup>	1.01±0.03 <sup>a</sup>	3.49 ± 1.2 <sup>a</sup>	21.01 ± 3.8 <sup>a</sup>

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

### 3.2.3 Contenido de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante (DPPH) de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica

La Figura 3-5 muestra el contenido de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. Los polvos de jugo de agraz con maltodextrina mostraron contenidos de compuestos fenólicos más altos que las muestras con goma arábica sola o mezclada con maltodextrina. Por otro lado, los polvos MD o las mezclas MD:GA 75:25 mostraron los mayores contenidos de antocianinas monoméricas totales, indicando que la recuperación de antocianinas en el material obtenido por liofilización se vio favorecida por el uso de una mayor proporción de maltodextrina, en comparación con goma arábica.

**Figura 3-5.** Contenido de polifenoles totales (a) y de antocianinas monoméricas totales (b) de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización



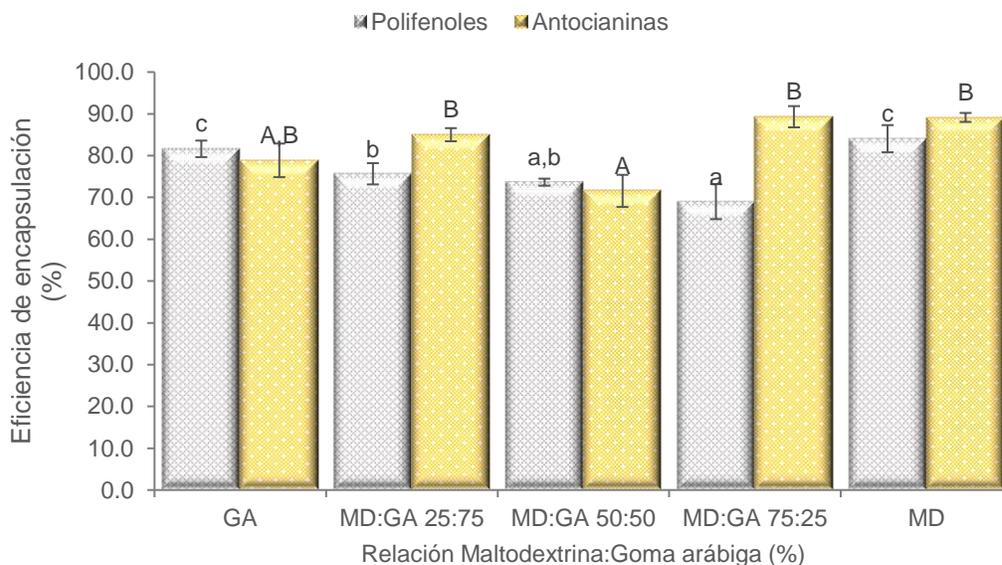
EAG: equivalentes de ácido gálico; C3G: cinidina 3 glucósido. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

La eficiencia de encapsulación de polifenoles totales fue similar para los polvos de jugo de MD y GA (Figura 3-6), mientras que los polvos con las mezclas de los coadyuvantes (MD:GA 25:75, MD:GA 50:50, MD:GA 75:25) mostraron eficiencias de encapsulación más bajas que las obtenidas usando cada coadyuvante individualmente. Ballesteros y col. (2017) evaluaron la encapsulación de compuestos fenólicos extraídos de residuos de café usando distintos coadyuvantes (maltodextrina, goma arábica y mezclas de ambos) y métodos de deshidratación (liofilización y secado por atomización). Estos autores encontraron una mayor eficiencia de encapsulación de polifenoles en los polvos con solo maltodextrina obtenidos mediante liofilización. Además, observaron una disminución de la actividad antioxidante al emplear mezclas de maltodextrina con goma arábica.

Los polvos MD y las mezclas MD:GA 75:25 mostraron eficiencias de encapsulación de antocianinas de ~89%, mientras que en las muestras MD:GA 50:50 se observó un descenso del 20% en este parámetro. Los polvos MD:GA 25:75, mostraron eficiencias de encapsulación de antocianinas similares a la de los polvos MD y MD:GA 75:25. Este comportamiento podría estar indicando que la mezcla de maltodextrina y goma arábica en proporciones de 75:25 y 25:75 genera un efecto sinérgico que permite alcanzar eficiencias de encapsulación similares a las obtenidas usando maltodextrina sola (~89%). Sin embargo, en los polvos MD:GA 50:50 la eficiencia de encapsulación de antocianinas

decrece significativamente, siendo similar a las obtenidas en los polvos con solo goma arábica (GA).

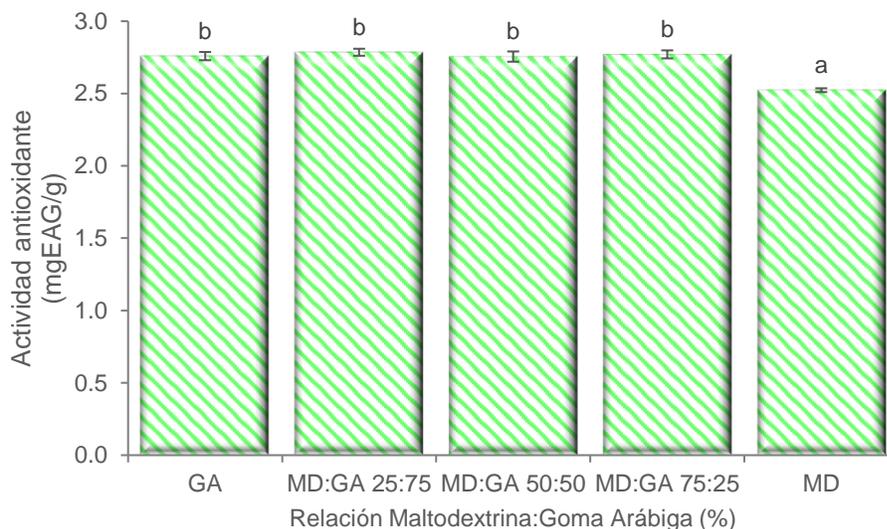
**Figura 3-6.** Eficiencia de encapsulación de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.



Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ), para cada parámetro evaluado.

La actividad antioxidante de los polvos liofilizados de jugo de agraz con mezclas de maltodextrina y/o goma arábica se muestra en la Figura 3-7. Los polvos GA, MD:GA 25:75, MD:GA 50:50 y MD:GA 75:25 mostraron similar capacidad antioxidante. Mientras que, los polvos MD mostraron una leve disminución en la actividad antioxidante (8%), respecto de las demás muestras. En este sentido, a pesar de que estos polvos presentaron el mayor contenido de polifenoles totales (Figura 3-5 a) estas diferencias no generaron aumentos en la capacidad antioxidante. Yu & Lv (2019) reportaron resultados similares al correlacionar el contenido de polifenoles totales con la capacidad antioxidante de polvos microencapsulados de residuos de rosa con maltodextrina y goma arábica obtenidos por liofilización y secado por atomización.

**Figura 3-7.** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábiga obtenidos mediante liofilización.



EAG: equivalentes de ácido gálico; C3G: cinidina 3 glucósido. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

### 3.3 Conclusiones

Los polvos obtenidos a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina, goma arábiga y sus combinaciones mostraron baja actividad acuosa ( $a_w < 0.36$ ), alta solubilidad en agua (>91%), buena fluidez y eficiencia de retención de polifenoles (>69%) y de antocianinas (>71%). Se observó que los polvos de jugo de agraz con goma arábiga, o sus mezclas con maltodextrina, mostraron menor actividad acuosa y contenido de humedad que los productos obtenidos mezclando el jugo solo con maltodextrina. Mientras que, los polvos en los que se usó solo maltodextrina mostraron mayores contenidos de polifenoles totales y de antocianinas y mejores propiedades de fluidez y compresibilidad. En los polvos de jugo de agraz con mezclas de los dos coadyuvantes se observó una disminución en la eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos, en comparación con los productos obtenidos mezclando el jugo solo con maltodextrina o goma arábiga. En los estudios de espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier, no se detectaron interacciones químicas entre los componentes del jugo de agraz y los agentes encapsulantes en ninguna de las formulaciones evaluadas.

# Capítulo IV. POLVOS DE JUGO DE AGRAZ CON MALTODEXTRINA Y/O GOMA ARÁBIGA OBTENIDOS MEDIANTE SECADO POR ATOMIZACIÓN

## Introducción

La tecnología de secado por atomización es una de las más utilizadas en la industria alimentaria para la obtención de productos en polvo tales como leche, sabores, bebidas instantáneas, sopas, te, huevo, entre otros (Berk, 2018). Esta tecnología tiene la ventaja de ser económica, escalable, versátil y que permite trabajar en continuo (Ibarz & Barbosa Canovas, 2005).

La maltodextrina es el material encapsulante más usado a nivel industrial para la obtención de productos en polvo mediante secado por atomización porque posee buenas propiedades de formación de película, presenta baja higroscopicidad y buena solubilidad (Shishir & Chen, 2017). Además, este polímero actualmente se encuentra incluido en la lista de ingredientes generalmente reconocidos como seguros (GRAS) de la FDA. Por otro lado, otros autores han empleado mezclas de maltodextrina con goma arábica para reducir costos y lograr mayores eficiencias de retención de compuestos bioactivos (Archaina, Vasile, Jiménez-Guzmán, et al., 2019; Bednarska & Janiszewska-Turak, 2020).

Archaina y col. (2019) Reportaron que la combinación de maltodextrina y goma arábica permitió la obtención mediante secado por atomización de polvos de jugo de flor de jamaica con buena fluidez, alta solubilidad y capacidad antioxidante. Yu & Lv (2019) encontraron que los polvos del extracto de antocianinas de *Rosa rugosa* con mezclas de maltodextrina

y goma arábica obtenidos por secado por atomización conservaron mejor el color rojo en las coordenadas  $a^*$ ,  $H^\circ$  y  $C$  y una eficiencia de encapsulación de antocianinas del 75% y de compuestos fenólicos de 86%. Bednarska & Janiszewska-Turak (2020) reportaron que el uso de mezclas de maltodextrina y goma arábica permitió la obtención de polvos de jugo de *Aronia melanocarpa Elliott* con alto contenido de compuestos fenólicos (~3000 mg/100 g) y antocianinas (1694–2028 mg/100 g).

En el presente capítulo se analizó la influencia del agente encapsulante (maltodextrina y goma arábica) sobre las propiedades fisicoquímicas, tecnológicas y la eficiencia de encapsulación de polvos de jugo de agraz obtenidos mediante secado por atomización. Este trabajo corresponde al primer estudio de encapsulación de compuestos bioactivos del jugo de agraz por medio de la tecnología de secado por atomización, utilizando estos agentes encapsulantes.

## 4.1 Materiales y métodos

### 4.1.1 Materiales

Se empleó jugo de agraz con las siguientes características fisicoquímicas: Sólidos solubles: 13.27; sólidos totales: 11.6; pH: 2.91; actividad acuosa: 0.97; polifenoles totales: 2032.5 mg EAG/L; antocianinas totales: 371.5 mg C3G/L; actividad antioxidante: 19.1 mg EAG/g

Como agentes encapsulantes se emplearon Maltodextrina DE 18-22 (Tecnas S.A, Medellín, Colombia) y Goma arábica (Tecnas S.A, Medellín, Colombia).

### 4.1.2 Preparación de las formulaciones de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica

Al jugo de agraz (80%) se le añadió 20% de material encapsulante que correspondía a maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y una combinación de iguales proporciones de MD:GA (Tabla 4-1). Todas las dispersiones se homogenizaron bajo agitación constante usando un Agitador Vertical EUROSTAR 20 (IKA, Staufen, Alemania) a 800 rpm, hasta su completa disolución

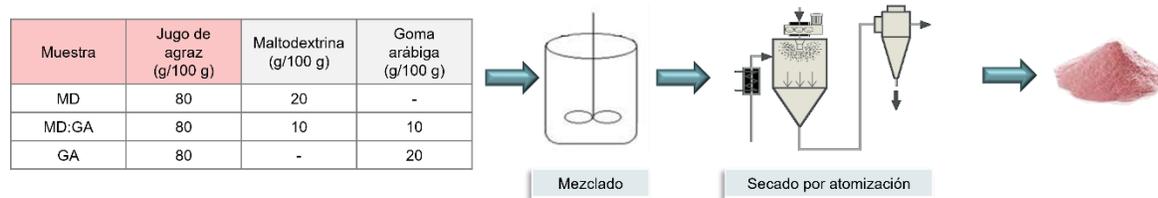
**Tabla 4-1.** Formulaciones empleadas para la preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.

Muestra	Jugo de agraz (g/100 g)	Maltodextrina (g/100 g)	Goma Arábica (g/100 g)
MD	80	20	-
MD:GA	80	10	10
GA	80	-	20

### 4.1.3 Secado por atomización

El proceso de secado por atomización se realizó en las instalaciones del Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá. Las dispersiones de jugo de agraz con material encapsulante, de acuerdo con las formulaciones de la Tabla 4-1, se llevaron al equipo Mini Atomizador de laboratorio marca BUCHI B-290 (Flawil Suiza) con las siguientes variables de proceso: flujo de entrada de aire 414 L/h, temperatura de entrada de aire 170°C, flujo de alimentación de la muestra 8 ml/min, de acuerdo con el protocolo descrito por (Franceschinis et al., 2014). Al final de la operación se recolectaron los polvos depositados en el colector del equipo y se guardaron en un matraz hermético para su posterior análisis (Figura 4-1).

**Figura 4-1.** Proceso de preparación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



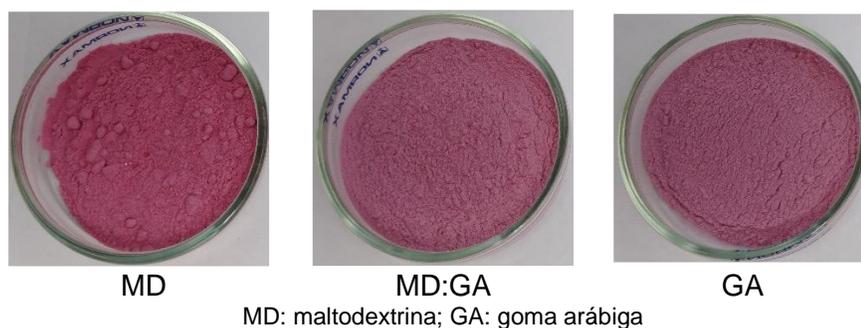
#### 4.1.4 Caracterización de los productos obtenidos

La caracterización de los polvos se realizó empleando los métodos descritos en el capítulo II: 2.1.5 (FTIR), 2.1.6 (color), 2.1.7 (análisis morfológico), 2.1.8. (contenido de humedad y actividad de agua), 2.1.9 (solubilidad en agua), 2.1.10 (contenido de polifenoles totales), 2.1.11. (contenido de antocianinas monoméricas totales), 2.1.12 (eficiencia de encapsulación (%)), 2.1.13. (actividad antioxidante DPPH) y 2.1.14. (propiedades de flujo)

## 4.2 Resultados y discusión

En la Figura 4-2 se muestran imágenes de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD:GA). Se obtuvieron polvos de aspecto fino homogéneo y color característico (Tabla 4-2). Los polvos MD:GA y GA mostraron una apariencia homogénea (sin apelmazamiento), mientras en que las muestras MD se observaron algunas partículas adheridas entre ellas.

**Figura 4-2:** Imágenes de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



### 4.2.1 Propiedades fisicoquímicas y morfológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización

La luminosidad ( $L^*$ ) de los polvos GA fue mayor que la de los polvos MD ( $p < 0.05$ ) (Tabla 4-2), mientras que, los polvos GA y MD:GA mostraron similitudes en esta característica ( $p > 0.05$ ). Este comportamiento se puede atribuir a la diferencia de color de los materiales MD y GA constituyentes de los polvos. Otros autores han reportado que el color de la goma arábica es el responsable de una mayor luminosidad en los productos encapsulados (Yu & Lv, 2019).

**Tabla 4-2:** Parámetros de color de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización

Muestras	$L^*$	$a^*$	$b^*$	h	Croma
MD	$47.5 \pm 0.2^a$	$45.6 \pm 0.5^b$	$6.1 \pm 0.1^c$	$7.6 \pm 0.1^c$	$46.0 \pm 0.5^b$
MD:GA	$52.7 \pm 2.5^b$	$45.9 \pm 0.4^b$	$3.8 \pm 0.3^b$	$4.7 \pm 0.3^b$	$46.0 \pm 0.4^b$
GA	$55.0 \pm 1.8^b$	$42.2 \pm 1.6^a$	$2.6 \pm 0.2^a$	$3.6 \pm 0.2^a$	$42.3 \pm 1.6^a$

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

Por otro lado, los polvos MD y MD:GA mostraron mayores valores de  $a^*$  que los polvos GA, indicando una coloración más rojiza. No se encontraron diferencias significativas entre los valores de  $a^*$  de las muestras MD y MD:GA. Además, los polvos MD y MD:GA mostraron mayores valores de C y h, que los polvos GA, indicando que el uso de maltodextrina sola o mezclada con goma arábica permitió una mejor preservación del color de los polvos, en comparación con la goma arábica. Resultados similares fueron reportados por Pieczykolan & Kurek (2019) y Silva y col. (2013).

En la Tabla 4-3 se muestran los valores de contenido de humedad, actividad acuosa y solubilidad en agua de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina:goma arábica (MD:GA). Todas las muestras mostraron similares valores de actividad acuosa ( $a_w \sim 0.3$ ), indicando que los agentes encapsulantes empleados no afectaron este parámetro. Los polvos GA mostraron más bajo contenido de humedad que

las muestras MD. En el caso de los polvos MD:GA se observaron contenidos de humedad intermedios entre los polvos MD y GA.

Todas las muestras presentaron una alta solubilidad en agua (>95%), lo cual es adecuado para su incorporación en formulaciones acuosas de alimentos. Varios estudios han reportado que la encapsulación por medio de la tecnología de secado por atomización, utilizando maltodextrina y goma arábica como materiales de pared, da lugar a polvos de fácil reconstitución a temperatura ambiente, con valores de solubilidad superiores al 90% (Mahdavi et al., 2016; Pieczykolan & Kurek, 2019b; Sarabandi et al., 2019).

**Tabla 4-3:** Actividad de agua, porcentaje de humedad y solubilidad en agua de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización

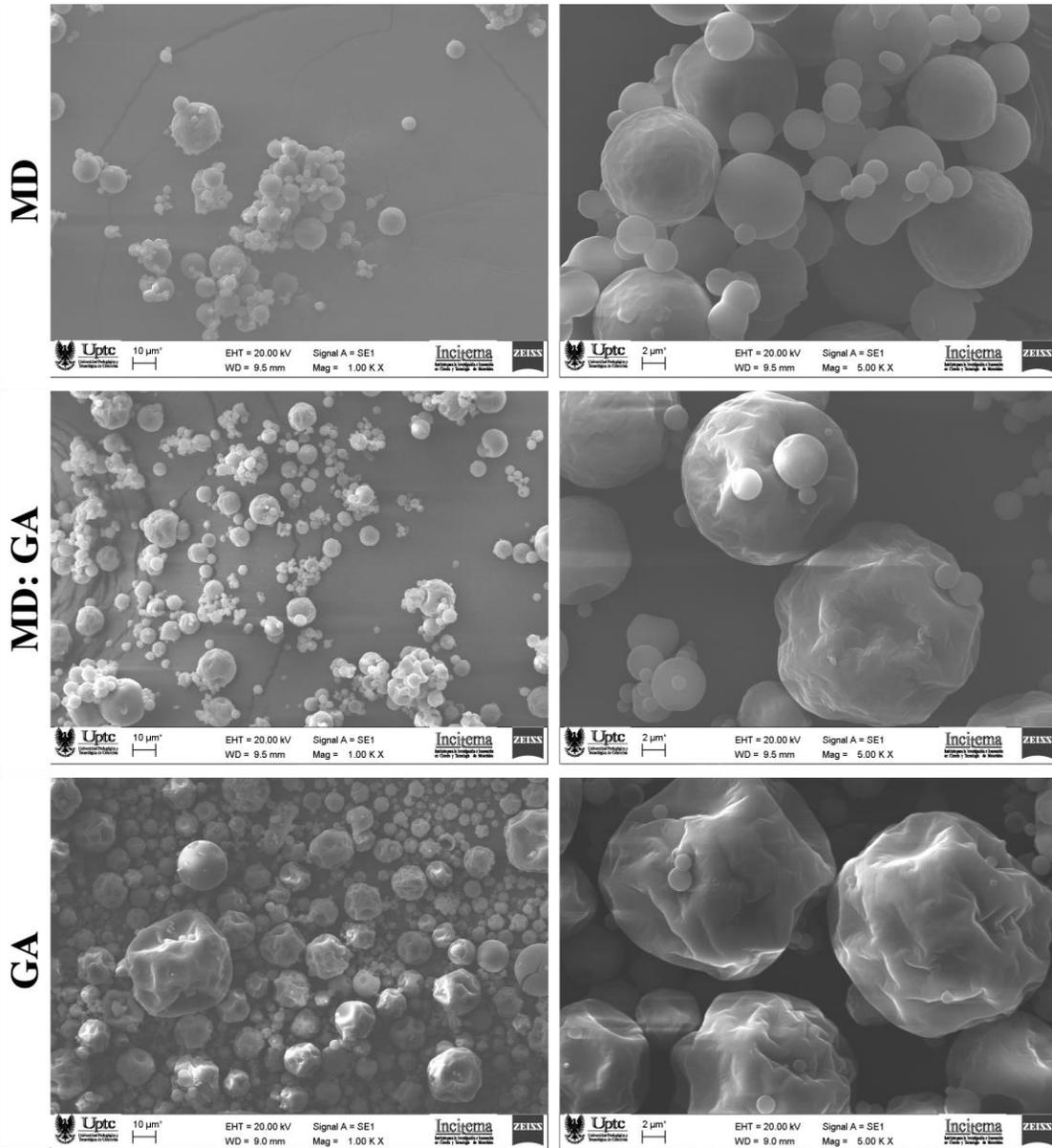
Muestras	Actividad de agua ( $a_w$ )	Humedad (%)	Solubilidad en agua (%)
MD	$0.28 \pm 0.02^a$	$5.4 \pm 0.3^b$	$95.0 \pm 0.3^a$
MD:GA	$0.29 \pm 0.01^a$	$5.1 \pm 0.2^{ab}$	$96.7 \pm 1.0^b$
GA	$0.30 \pm 0.01^a$	$4.7 \pm 0.3^a$	$96.4 \pm 1.0^{ab}$

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ )

En la Figura 4-3 se muestran imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD:GA).

El uso de maltodextrina como agente encapsulante permitió la obtención de partículas esféricas de superficie lisa y homogénea. Los polvos GA y MD:GA presentaron superficies irregulares con algunas hendiduras. La formación de estas hendiduras en la superficie de las partículas obtenidas por secado por aspersion ha sido atribuida a la contracción de las partículas debido a la drástica pérdida de humedad seguida del enfriamiento (Ibrahim Silva et al., 2013).

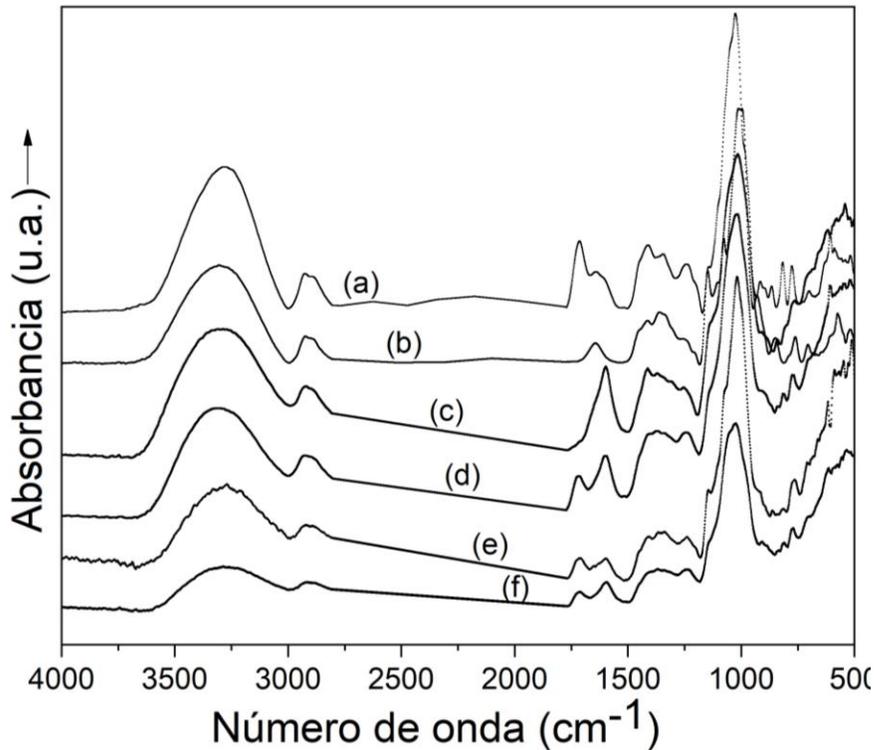
**Figura 4-3.** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



En la Figura 4-4 se muestran los espectros de infrarrojo de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD: GA). Además, se muestran los espectros de jugo de agraz, maltodextrina y goma arábica para comparación.

Los espectros de los polvos MD, MD:GA y GA mostraron señales características de cada uno de los componentes de la formulación. En el caso de los polvos MD y MD:GA se detectaron señales características de maltodextrina a  $3300\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento grupos O–H),  $2905\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento asimétrico grupos C–H<sub>2</sub>),  $1641\text{ cm}^{-1}$  (grupos carboxilo libres),  $1150\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento grupos C–O),  $1005\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento grupos C–O), y  $929\text{ cm}^{-1}$  (C–O–C estiramiento de enlaces glicosídicos; CH<sub>2</sub> flexión fuera del plano) (Ballesteros et al., 2017; Tao et al., 2017). Además, los polvos MD:GA y GA mostraron señales características de la goma arábica a  $3429\text{ cm}^{-1}$  (–OH),  $2930\text{ cm}^{-1}$  (grupos carboxilo libres),  $1590\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento C=O) y a  $1039\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento C–O) (Mansour et al., 2020; Xue et al., 2019). Adicionalmente, en todos los polvos, se observaron bandas características del jugo de agraz a  $3298\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento –OH),  $1712$ ,  $1630$  y  $1521\text{ cm}^{-1}$  (estiramiento C=C) y  $1024\text{ cm}^{-1}$  (C–O) (Alzate-Arbeláez et al., 2019).

**Figura 4-4:** Espectros FTIR de (a) jugo de agraz; (b) maltodextrina; (c) goma arábica; polvos de jugo de agraz con: (d) maltodextrina; (e) goma arábica y (f) maltodextrina:goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



### **4.2.2 Propiedades tecnológicas de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización**

En la Tabla 4-4 se muestran la densidad aparente, la densidad compactada, el índice de Hausner, el índice de Carr y el ángulo de reposo de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD:GA). Los polvos MD, MD:GA y GA mostraron valores similares de densidad aparente ( $p > 0.05$ ). Además, todas las muestras se compactaron luego de ser sometidas a impactos verticales, mostrando valores mayores de densidad compactada que de densidad aparente. Este comportamiento pudo ser debido a la presencia de fuerzas de atracción y fricción entre las micropartículas del polvo (Lopez Córdoba & Goyanes, 2017). Si se comparan los resultados con los obtenidos por liofilización (sección 3.2.2), las densidades en el secado por atomización son menores, lo cual puede estar relacionado con las altas velocidades de evaporación de agua que se logran a altas temperaturas, lo que da lugar a partículas grandes con una estructura porosa. Similares resultados fueron reportados por otros autores cuando secaron por atomización extracto de cáscara de berenjena (Sarabandi et al., 2019) y extracto de zumaque (Caliskan & Dirim, 2016).

Con respecto a los índices de Hausner y Carr, no se encontraron diferencias significativas entre los diferentes materiales encapsulantes usados, obteniendo valores entre 1.1 y 1.2, y entre 13 y 18%, respectivamente. De acuerdo con lo reportado en la literatura, polvos con índice Hausner menores que 1.2 e Índice de Carr entre 11 y 20% tienen buena fluidez y compresibilidad (United States Pharmacopeia - National Formulary, 2007).

En general, los polvos mostraron valores de ángulo de reposo entre 22 y 35°, los cuales son característicos de materiales con buena fluidez (Tabla 4-4). Los polvos MD mostraron mejor fluidez que los polvos GA (Tabla 4-4). En el caso de los polvos MD:GA, se obtuvieron ángulos de reposo intermedios entre los polvos MD y GA (Tabla 4-4). Sarabandi y col. (2018, 2019) reportaron ángulos de reposo bajos para polvos obtenidos por secado por atomización de jugo de manzana y extracto de piel de berenjena.

**Tabla 4-4:** Propiedades de flujo de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.

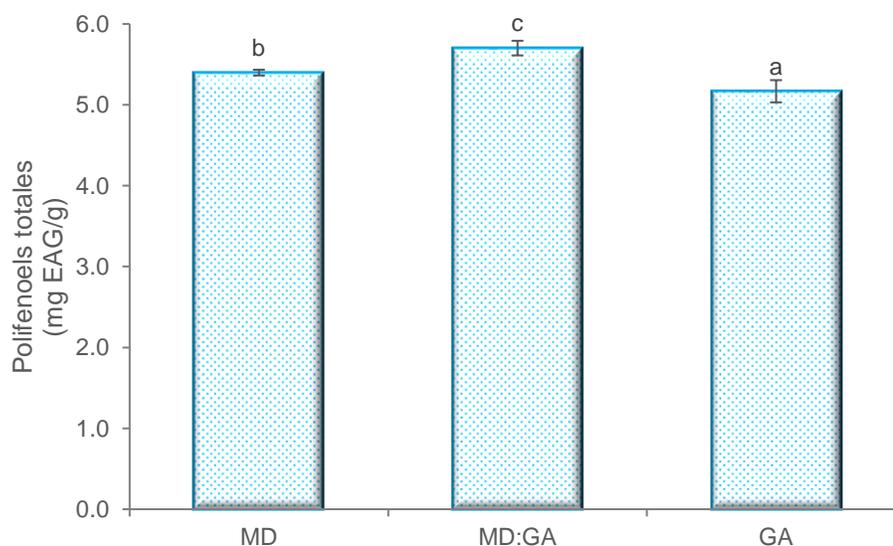
Muestras	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad compactada (kg/m <sup>3</sup> )	Índice de Hausner	Índice de Carr (%)	Ángulo de reposo (°)
MD	302 ± 24 <sup>a</sup>	353 ± 17 <sup>a</sup>	1.2 ± 0.10 <sup>a</sup>	17.6 ± 3.0 <sup>a</sup>	22.9 ± 0.4 <sup>a</sup>
MD:GA	323 ± 15 <sup>a</sup>	389 ± 11 <sup>ab</sup>	1.1 ± 0.04 <sup>a</sup>	13.6 ± 2.9 <sup>a</sup>	29.2 ± 3.3 <sup>b</sup>
GA	329 ± 5.2 <sup>a</sup>	404 ± 23 <sup>b</sup>	1.2 ± 0.06 <sup>a</sup>	16.3 ± 4.5 <sup>a</sup>	34.5 ± 2.7 <sup>c</sup>

Diferentes superíndices en la misma columna indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

### 4.2.3 Contenido de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante (DPPH) de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica

En la Figura 4-5 se muestra el contenido de polifenoles totales de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD:GA).

**Figura 4-5:** Contenido de polifenoles totales de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.

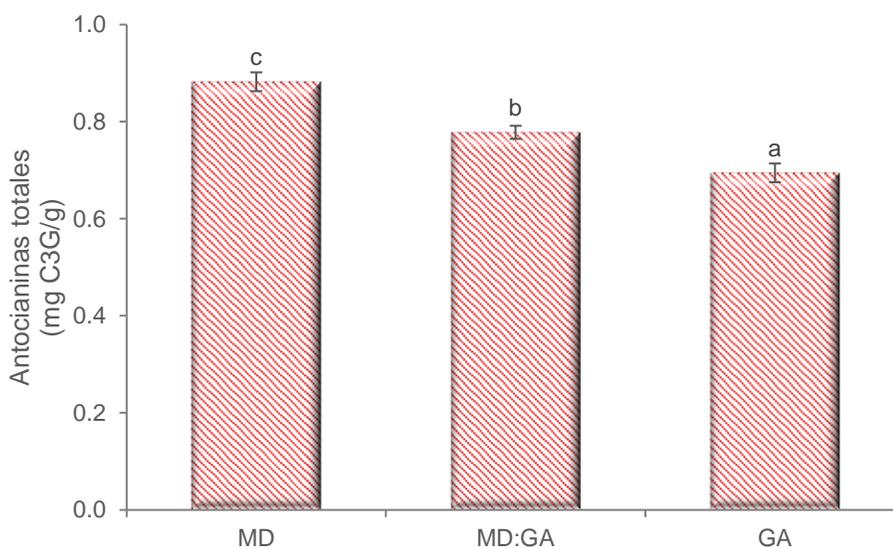


EAG: equivalentes de ácido gálico. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

Los polvos MD mostraron un mayor contenido de polifenoles totales que los polvos GA. Además, se observó que la mezcla MD:GA permitió obtener polvos con mayor contenido de compuesto fenólicos, en comparación con las muestras MD y GA. Varios estudios han reportado que la maltodextrina atrapa mejor dentro de su estructura los polifenoles provenientes de matrices vegetales en comparación con la goma arábica (Archaina, Vasile, Jiménez-Guzmán, et al., 2019; Sarabandi et al., 2019).

Por otro lado, se observaron diferencias entre el contenido de antocianinas monoméricas de los polvos MD, MD:GA y GA (Figura 4-6). Los polvos MD mostraron mayor contenido de antocianinas que las muestras GA; mientras que, las muestras MD:GA mostraron contenidos de antocianinas intermedios entre GA y MD. Comportamientos similares fueron observados Pieczykolan y Kurek (2019). Estos resultados están en concordancia con los obtenidos en análisis de color (Tabla 4-2), y con lo reportado por otros autores (Mahdavee Khazaei et al., 2014; Mansour et al., 2020; Nogueira et al., 2019), sugiriendo que los polvos con mayor contenido de antocianinas presentan mayores valores en la coordenada  $a^*$  y ángulo tono (h).

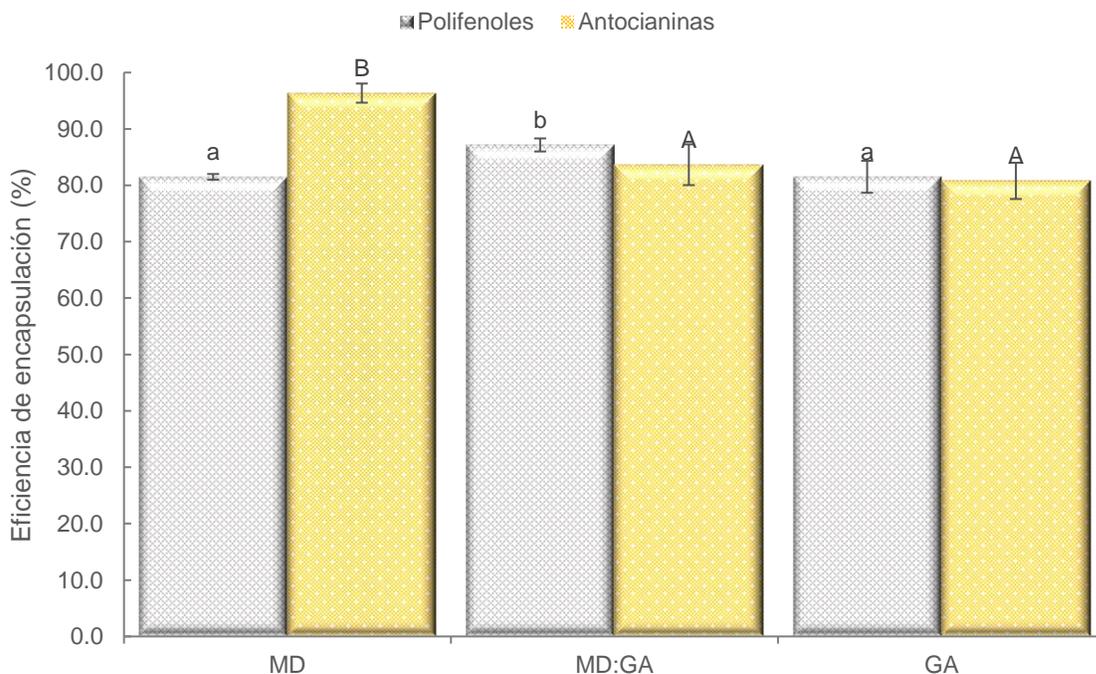
**Figura 4-6:** Contenido de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



C3G: equivalentes de cianidina 3 glucósido. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

La Figura 4-7 muestra la eficiencia de encapsulación de compuestos fenólicos y antocianinas en los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD:GA). Todas las muestras mostraron eficiencias de encapsulación de compuestos fenólicos superiores al 80%, siendo mayor la retención de estos compuestos en los polvos MD:GA ( $p < 0.05$ ). Por otro lado, los polvos GA y MD:GA mostraron similares eficiencias de encapsulación de antocianinas, mientras que en los polvos MD la retención de antocianinas se incrementó en un 18%. Estos resultados fueron similares a los de Ballesteros y col. (2017) quienes reportaron que el uso de maltodextrina permitió la obtención de polvos con una mayor eficiencia de encapsulación de flavonoides de café (73%), en comparación con el uso de goma arábica sola o combinada con maltodextrina.

**Figura 4-7:** Eficiencia de encapsulación de polifenoles totales y de antocianinas monoméricas totales de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.

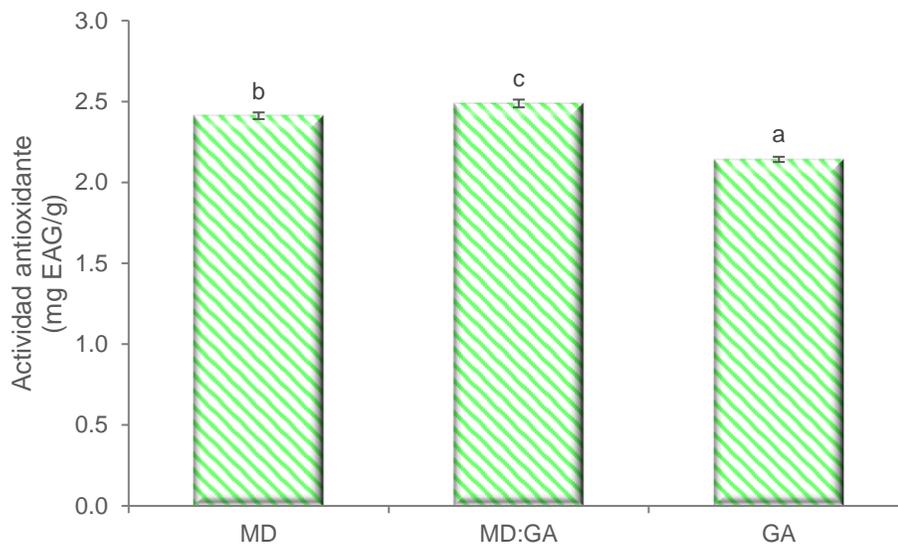


Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ), para cada parámetro evaluado.

La Figura 4-8 muestra la actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos obtenidos mediante secado por atomización a partir de mezclas de jugo de agraz con maltodextrina (MD), goma arábica (GA) y maltodextrina: goma arábica (MD:GA).

Los polvos MD mostraron mayor actividad antioxidante que los polvos GA. Además, se observó que la mezcla MD:GA permitió obtener polvos con mayor actividad antioxidante, en comparación con las muestras MD y GA. Este comportamiento es en concordancia con el contenido de polifenoles totales de los polvos (Figura 4-5), sugiriendo una correlación entre la actividad antioxidante y la concentración de compuestos fenólicos de los productos. Sarabandi y col. (2019) reportaron que los polvos obtenidos a partir de mezclas de extractos de cáscaras de berenjena con maltodextrina mostraron una mayor actividad antioxidante que los obtenidos usando goma arábica como material encapsulante.

**Figura 4-8:** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH• de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



EAG: equivalentes de ácido gálico; C3G: cinidina 3 glucósido. Diferentes superíndices indican diferencias estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ).

### 4.3 Conclusiones

La utilización de maltodextrina, goma arábica y la combinación de las dos, como materiales de pared para encapsulación de jugo de agraz por medio de secado por atomización,

permitieron obtener polvos con características de color deseables en tonalidades rojizas; con bajos contenidos de humedad (<5.4%) y actividad de agua ( $a_w < 0.30$ ) y con características favorables de solubilidad en agua (>95%) y de fluidez.

Los polvos con maltodextrina y goma arábica presentaron el mayor contenido de polifenoles totales y la más alta actividad antioxidante (DPPH•) (5.7 y 2.5 mg EAG/g). Mientras que el mayor contenido de antocianinas monoméricas totales fue para la muestra con solo maltodextrina (0.9 mg C3G/g).

Del análisis de los espectros de infrarrojo por transformada de Fourier de las muestras en polvo y de sus constituyentes, se concluye que no se presentaron interacciones químicas en el proceso de microencapsulación.

Todos los porcentajes de eficiencia de encapsulación de polifenoles estuvieron por encima del 80%, la muestra con maltodextrina y goma arábica retuvo el mayor porcentaje de polifenoles totales (87%) y la muestra con solo maltodextrina retuvo el mayor porcentaje de antocianinas monoméricas totales (96%).

# Capítulo V. APLICACIÓN DE POLVOS DE JUGO DE AGRAZ OBTENIDOS MEDIANTE LIOFILIZACIÓN Y SECADO POR ATOMIZACIÓN COMO INGREDIENTES DE BEBIDAS HIDRATANTES

## Introducción

En los últimos años se ha incrementado el interés por reemplazar los colorantes sintéticos por naturales, debido a la preferencia de los consumidores y a los efectos negativos sobre la salud generados por el consumo de aditivos sintéticos (Porfírio et al., 2020; Wallace & Giusti, 2011).

Las antocianinas son pigmentos de color rojo, hidrosolubles, ampliamente distribuidos en el reino vegetal que han demostrado un alto potencial de aplicación en industrias alimentarias, farmacéuticas y cosméticas. Estas son reconocidas no solo por sus propiedades colorantes, sino también por su actividad antioxidante, antiinflamatoria, y quimioprotectora (Luzardo-Ocampo et al., 2021; Sharif et al., 2020). Varios estudios han evaluado el efecto de la incorporación de extractos de antocianinas en formulaciones de alimentos tales como bebidas isotónicas enriquecidas con polvo liofilizado de maqui (*Aristotelia chilensis*), asaí (*Euterpe oleracea*) y endrino (*Prunus spinosa*) (Gironés-Vilaplana et al., 2014) y bebidas con extracto de antocianinas de cáscara de berenjena (*Solanum melongena*) (Arrazola et al., 2014). Gironés-Vilaplana y col. (2011) evaluaron la estabilidad de bebidas a base de zumo de limón enriquecido con maqui durante el almacenamiento encontrando que el contenido total de antocianinas tendió a disminuir en

todas las bebidas almacenadas a 25°C, mientras que estas pérdidas fueron de menor intensidad a 4°C. Arocas y col. (2013) compararon la estabilidad de tres colorantes rojos naturales: ácido carmínico (E120), encianina (E163) y zanahoria negra (E163) y tres artificiales: rojo allura (E129), azorrubina (E122) y ponceau 4R (E124), encontrando que los pigmentos naturales fueron más afectados por los cambios de pH y de altas temperaturas. Robert y col. (2010) compararon la cinética de degradación de las antocianinas encapsuladas y no encapsuladas de jugo de granada, encontrando que la degradación de los polifenoles y las antocianinas en el jugo fresco fue más rápida que en el jugo microencapsulado, lo cual sugiere que la microencapsulación constituye una alternativa para mejorar la estabilidad de antocianinas cuando se incorporan como colorantes naturales en matrices alimentarias.

En el presente capítulo se evaluó el potencial de aplicación de los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización como ingredientes para la elaboración de bebidas. Se evaluaron los atributos de color, el contenido de polifenoles y de antocianinas totales y la actividad antioxidante de los productos.

## **5.1 Materiales y métodos**

### **5.1.1 Materiales**

Se emplearon los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización descritos en los capítulos III y IV, respectivamente. Para la elaboración de las bebidas se adquirieron los siguientes ingredientes: sorbato de potasio (Panreac – Barcelona, España), fosfato de potasio (Yequirim - Bogotá, Colombia) y propionato de calcio (Polyaromas - Bogotá, Colombia). El cloruro de sodio, la sacarosa y el jugo de limón (pH 4.6, acidez titulable 1.15) se adquirieron en un mercado local de la ciudad de Bogotá D.C. (Colombia).

### 5.1.2 Preparación de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización

Las formulaciones empleadas para la preparación de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización se muestran en la Tabla 5-1. Estas formulaciones fueron elegidas teniendo en cuenta lo reportado por Gironés-Vilaplana y col. (2013).

**Tabla 5-1.** Formulaciones empleadas para la elaboración de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización

Ingredientes	Cantidad empleada	
	Bebida control	Bebida adicionada de polvo de jugo de agraz
Agua (mL)	80	80
Jugo de limón (mL)	20	20
Sacarosa (g)	7.5	7.5
Polvo de jugo de agraz (g)	-	5
Cloruro de sodio (mg)	20	20
Fosfato de potasio (mg)	6	6
Sorbato de potasio (mg)	33	33
Benzoato de sodio (mg)	16	16

En la Tabla 5-2 se muestra la codificación de las distintas formulaciones de bebidas obtenidas y la composición de los polvos de jugo de agraz empleados para su preparación.

**Tabla 5-2.** Detalle de la obtención de los polvos de jugo de agraz, utilizados como ingredientes para elaboración de las bebidas isotónicas.

Muestra	Tecnología de obtención del polvo	Formulación de los polvos de jugo de agraz usados		
		Jugo de agraz (g/100 g)	Maltodextrina (g/100 g)	Goma arábica (g/100 g)
B_LGA		70	-	30
B_LMG 25:75	Liofilización	70	7.5	22.5
B_LMG 50:50		70	15	15
B_LMG 75:25		70	22.5	7.5

Muestra	Tecnología de obtención del polvo	Formulación de los polvos de jugo de agraz usados		
		Jugo de agraz (g/100 g)	Maltodextrina (g/100 g)	Goma arábica (g/100 g)
B_LMD		70	30	-
B_SMD	Secado por atomización	80	20	-
B_SMG		80	10	10
B_SGA		80	-	20
BC	-	-	-	-

MD: maltodextrina; GA: goma arábica; MG: relación maltodextrina : goma arábica

### 5.1.3 Caracterización de las bebidas

El color se determinó usando un colorímetro HUNTERLAB (ColorQuest® XE, Virginia, USA) y se expresó en coordenadas CIELAB y CIELCH. El contenido de polifenoles totales se cuantificó mediante el método de Folin Ciocalteau (Singleton et al., 1999). El contenido de antocianinas monoméricas totales se determinó empleando el método diferencial de pH (Giusti & Wrolstad, 2005). La actividad antioxidante se evaluó mediante el método del radical libre DPPH• (Brand-Williams et al., 1995).

Los experimentos se realizaron por triplicado, y los datos fueron reportados como la media  $\pm$  desviación estándar.

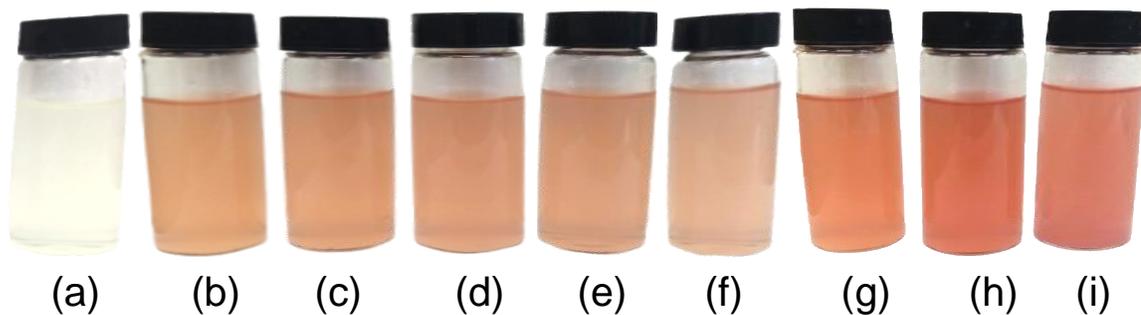
## 5.2 Resultados y discusión

### 5.2.1 Apariencia y color de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización

En la Figura 5-1 se muestran imágenes de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización (B\_LGA; B\_LMG 25:75; B\_LMG 50:50; B\_LMG 75:25; B\_LMD) y secado por atomización (B\_SGA;

B\_SMG; B\_SMD). Todas las bebidas fueron translúcidas y no se observaron partículas en suspensión, lo que indica una buena solubilidad de los polvos liofilizados en la formulación.

**Figura 5-1.** Imágenes de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización: (a) control (BC); (b) B\_LGA; (c) B\_LMG 25:75; (d) B\_LMG 50:50; (e) B\_LMG 75:25; (f) B\_LMD; (g) B\_SGA; (h) B\_SMG; (i) B\_SMD



En la Tabla 5-3 se muestran las coordenadas de color CIELAB de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. Los polvos liofilizados de jugo de agraz con solo maltodextrina dieron lugar a bebidas con mayor luminosidad (B\_LMD), en comparación con los polvos con solo goma arábica (B\_LGA) (Tabla 5-3). Las bebidas B\_LMG 25:75; B\_LMG 50:50 y B\_LMG 75:25 mostraron valores intermedios de luminosidad entre B\_LMD y B\_LGA. Todas las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz mostraron menor luminosidad que la muestra control ( $p < 0.05$ ), indicando coloraciones más oscuras (Tabla 5-3).

Las bebidas adicionadas con polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica mostraron valores de coordenada  $a^*$  y de ángulo de tono característicos de coloraciones rojizas (Tabla 5-3); mientras que la bebida control (BC) mostró valores de coordenada  $a^*$  y ángulo  $h$  característicos de coloraciones ligeramente verdosas (Tabla 5-3). La saturación del color fue más alta en las bebidas con polvo de jugo de agraz que en la bebida control (Tabla 5-3).

Las diferencias de color ( $\Delta E^*$ ) respecto de la bebida control fueron más bajas para las bebidas B\_LMD que para las bebidas B\_LGA; B\_LMG 25:75; B\_LMG 50:50; mientras que las bebidas B\_LMD y B\_LMG 75:25 mostraron similitudes en este parámetro. Este comportamiento está en concordancia con las diferencias observadas en los valores de luminosidad y en las coordenadas  $a^*$  y  $b^*$ .

**Tabla 5-3.** Coordenadas CIELAB de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización

Muestra	L*	a*	b*	h°	Croma	ΔE *
B_LGA	40.9±0.9 <sup>X,a</sup>	10.5±0.4 <sup>Y,ab</sup>	9.8±1.6 <sup>Y,a</sup>	42.9±3.8 <sup>X,a</sup>	14.4±1.3 <sup>Y,a</sup>	15.6±1.0 <sup>b</sup>
B_LMG 25:75	41.2±0.6 <sup>X,ab</sup>	10.6±0.1 <sup>Y,b</sup>	10.1±0.1 <sup>Y,a</sup>	43.5±0.2 <sup>X,a</sup>	14.6±0.1 <sup>Y,a</sup>	15.5±0.4 <sup>b</sup>
B_LMG 50:50	41.1±0.1 <sup>X,ab</sup>	10.5±0.1 <sup>Y,b</sup>	9.9±0.1 <sup>Y,a</sup>	43.2±0.2 <sup>X,a</sup>	14.4±0.2 <sup>Y,a</sup>	15.4±0.1 <sup>b</sup>
B_LMG 75:25	42.3±0.4 <sup>X,bc</sup>	10.3±0.1 <sup>Y,ab</sup>	9.5±0.1 <sup>Y,a</sup>	42.8±0.1 <sup>X,a</sup>	14.0±0.1 <sup>Y,a</sup>	14.4±0.2 <sup>ab</sup>
B_LMD	43.0±0.3 <sup>X,c</sup>	10.0±0.1 <sup>Y,a</sup>	9.2±0.2 <sup>Y,a</sup>	42.5±0.5 <sup>X,a</sup>	13.5±0.2 <sup>Y,a</sup>	13.7±0.1 <sup>a</sup>
BC	51.3±0.1 <sup>Y</sup>	-0.9±0.1 <sup>X</sup>	8.2±0.1 <sup>X</sup>	96.2±0.3 <sup>Y</sup>	8.2±0.1 <sup>X</sup>	---

Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% (p<0.05); para cada parámetro evaluado.

Las coordenadas de color CIELAB de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización se muestran en la Tabla 5-4. En general, las bebidas adicionadas de polvos obtenidos mediante secado por atomización (B\_SMD; B\_SMG; B\_SGA) presentaron una coloración más rojiza que las que fueron adicionadas de polvos liofilizados (B\_LGA; B\_LMG 25:75; B\_LMG 50:50; B\_LMG 75:25; B\_LMD). Este comportamiento fue atribuido a que la cantidad de jugo empleada en la formulación de los polvos liofilizados fue menor a la que se utilizó en los polvos obtenidos mediante secado por atomización.

Las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con solo maltodextrina (B\_SMD) mostraron menor luminosidad que las bebidas con polvos con goma arábica (B\_SGA) (p<0.05), indicando coloraciones más oscuras (Tabla 5-4). Las muestras B\_SMG mostraron valores intermedios de luminosidad entre B\_SMD y B\_SGA.

Por otro lado, se observó que las bebidas adicionadas de polvos obtenidos mediante secado por atomización (B\_SMD; B\_SMG; B\_SGA) mostraron valores más altos de coordenada a\* que las bebidas con polvos liofilizados, lo cual está en concordancia con su coloración más rojiza. Además, las bebidas con polvo de jugo de agraz mostraron valores de ángulo h característicos de tonos rosa. Los resultados de croma indicaron que la bebida

control mostró una menor saturación de color que las bebidas con polvos de jugo de agraz (Tabla 5-4).

Las diferencias de color entre la bebida control y las demás bebidas estuvieron en el rango entre 20.7 y 23.0. Estas fueron atribuidas a la presencia de antocianinas en los polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.

**Tabla 5-4.** Coordenadas CIELAB de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización

muestra	L*	a*	b*	h°	Croma	$\Delta E^*$
B_SMD	33.8±0.2 <sup>X,a</sup>	14.0±0.2 <sup>Y,a</sup>	7.8±0.3 <sup>X,a</sup>	29.1±0.5 <sup>X,a</sup>	16.1±0.3 <sup>Y,a</sup>	23.0±0.1 <sup>b</sup>
B_SMG	35.6±0.3 <sup>X,b</sup>	15.7±0.3 <sup>Y,b</sup>	8.7±0.3 <sup>X,b</sup>	29.0±0.6 <sup>X,a</sup>	18.0±0.4 <sup>Y,b</sup>	22.9±0.3 <sup>b</sup>
B_GA	37.4±0.1 <sup>X,c</sup>	14.5±0.1 <sup>Y,a</sup>	8.2±0.4 <sup>X,ab</sup>	29.5±0.9 <sup>X,a</sup>	16.6±0.3 <sup>Y,a</sup>	20.7±0.2 <sup>a</sup>
BC	51.3±0.1 <sup>Y</sup>	-0.9±0.1 <sup>X</sup>	8.2±0.1 <sup>X</sup>	96.2±0.3 <sup>Y</sup>	8.2±0.1 <sup>X</sup>	---

Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ); para cada parámetro evaluado.

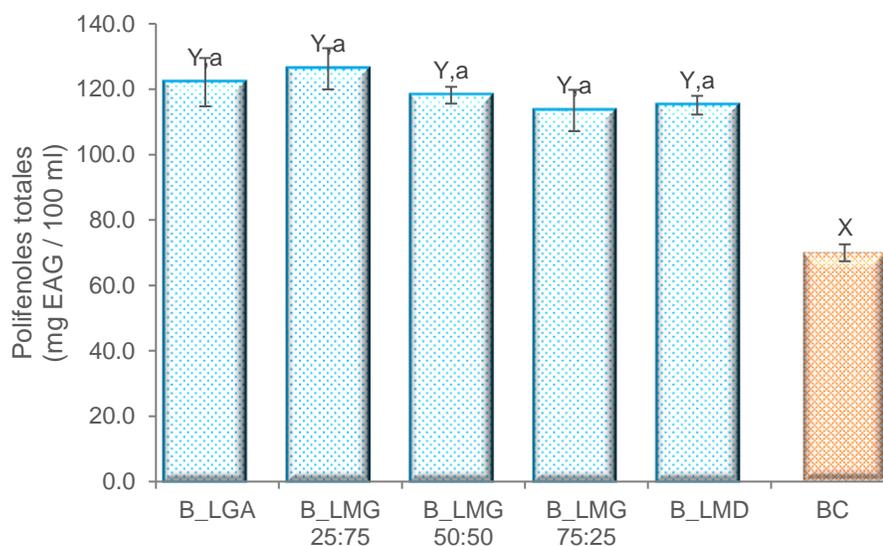
### 5.2.2 Contenido de polifenoles totales de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización

En la Figura 5-2 se muestra el contenido de polifenoles totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. La bebida control presentó un contenido de polifenoles de  $69.9 \pm 2.5$  mg EAG/100 mL, atribuido a la presencia de jugo de limón. Varios autores han reportado que el jugo de limón es una fuente natural de polifenoles, principalmente flavonas, flavonoles, flavanonas y ácidos hidroxicinámicos (Abad-García et al., 2014; Fejzić & Cávar, 2014).

Las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización (B\_LGA; B\_LMG 25:75; B\_LMG 50:50; B\_LMG 75:25; B\_LMD) presentaron un incremento en el contenido de polifenoles totales del 70%, en

comparación con la bebida control (BC), mostrando valores entre 113.4– 126.2 mg EAG/100 mL. Gironés-Vilaplana y col. (2013) reportaron contenidos de polifenoles totales de 73.91, 42.10 y 45.41 mg EAG/100 ml para bebidas adicionales con polvos de maqui (*Aristotelia chilensis*), asaí (*Euterpe oleracea*) y endrino (*Prunus spinosa*), respectivamente.

**Figura 5-2.** Contenido de polifenoles totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización

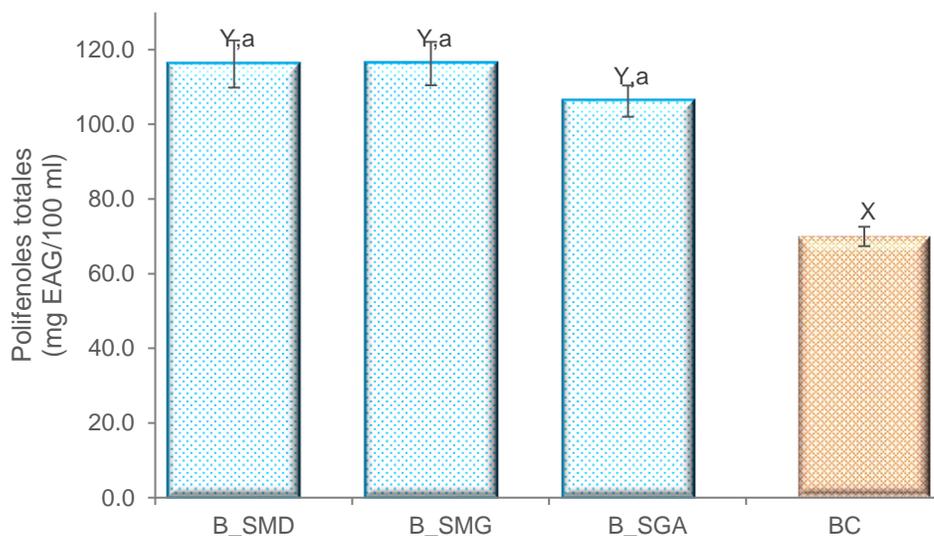


EAG: equivalentes de ácido gálico. Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ).

El contenido de polifenoles totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización se muestra en la Figura 5-3. Estas bebidas (B\_SMD; B\_SMG; B\_SGA) presentaron un incremento en el contenido de polifenoles totales del 60%, en comparación con la bebida control, y una disminución de alrededor del 7% respecto de las bebidas con polvos liofilizados. Resultados similares fueron reportados por Wu y col. (2021) cuando prepararon galletas adicionadas de polvos de concentrado de grosella negra (*Ribes nigrum*) con proteína de suero de leche obtenidos mediante liofilización y secado por atomización y las sometieron a un proceso de digestión *in vitro*. Reportaron que después de la digestión en

medio ácido el contenido de polifenoles totales fue más alto en las galletas con polvo liofilizado, sugiriendo que la tecnología de liofilización podría tener un efecto más positivo en la conservación de compuestos fenólicos en comparación con el secado por atomización.

**Figura 5-3.** Contenido de polifenoles totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización.



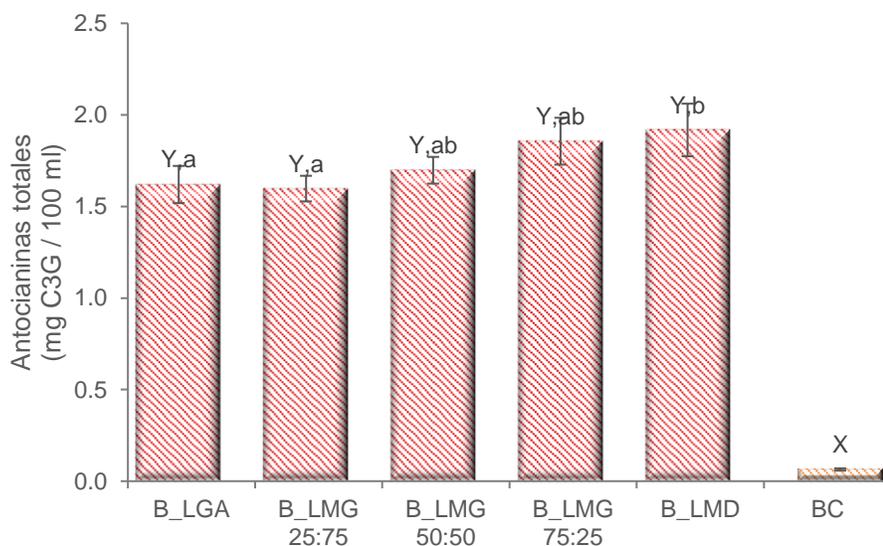
EAG: equivalentes de ácido gálico. Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ).

### 5.2.3 Contenido de antocianinas monoméricas totales de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización y secado por atomización

En la Figura 5-4 se muestra el contenido de antocianinas monoméricas totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización. La bebida control presentó un contenido de antocianinas

monoméricas de 0.06 mg C3G/100 mL, mientras que las bebidas con polvos de jugo de agraz mostraron concentraciones de antocianinas entre 1.6 y 1.9 mg C3G/100 mL. Porfirio y col. (2020) reportaron contenidos de antocianinas entre 2.5 y 2.7 mg C3G/100 mL para bebidas isotónicas adicionadas de extracto de jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba* (Vell.) Berg.))

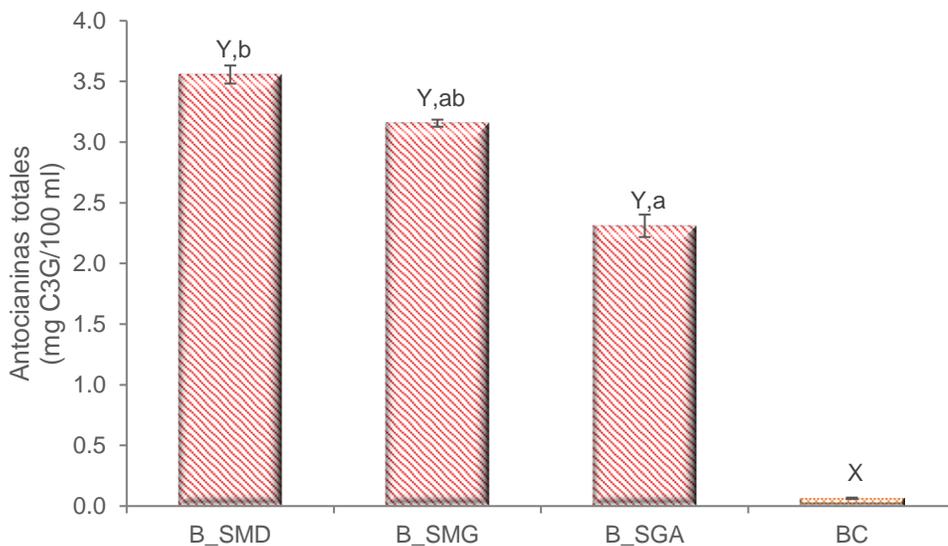
**Figura 5-4.** Contenido de antocianinas monoméricas totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.



C3G: cianidina 3 glucósido. Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ).

En el caso de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante secado por atomización, el contenido de antocianinas monoméricas totales varió entre 2.3 y 3.5 mg C3G/100 ml (Figura 5-5), siendo mayor la concentración en las bebidas B\_SMD que en B\_SGA. Este comportamiento es en concordancia con la cantidad de antocianinas presente en los polvos de jugo de agraz empleados en la formulación y con las diferencias de color observadas entre las bebidas (Tabla 5-4). Estudios anteriores han reportado que el contenido de antocianinas en bebidas isotónicas está relacionado con el valor de la coordenada  $a^*$  de las mismas (Gironés-Vilaplana et al., 2013, 2014; Porfirio et al., 2020).

**Figura 5-5.** Contenido de antocianinas monoméricas totales de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábiga obtenidos mediante secado por atomización.

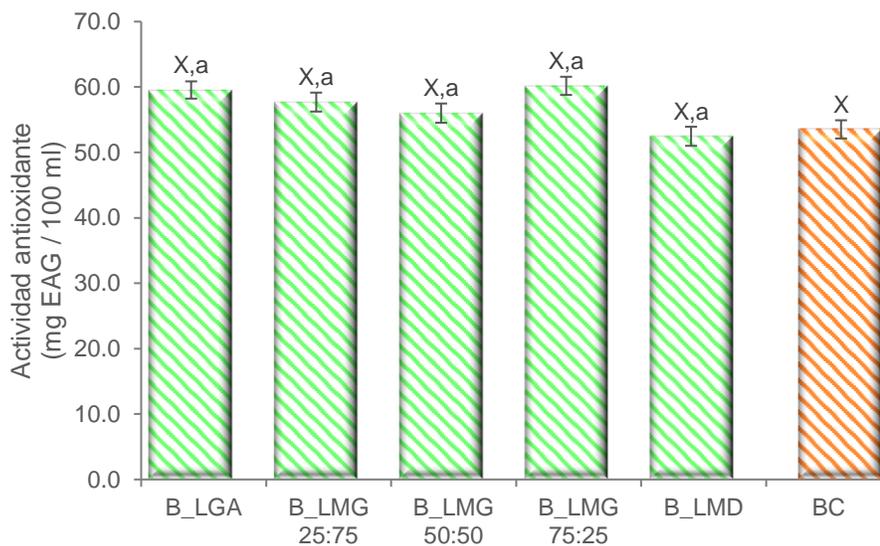


C3G: cianidina 3 glucósido. Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ).

#### 5.2.4 Actividad antioxidante de bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábiga obtenidos mediante liofilización y secado por atomización

En la Figura 5-6 se muestra la actividad antioxidante de las bebidas adicionadas de polvos de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábiga obtenidos mediante liofilización. Las bebidas adicionadas con polvo de jugo de agraz mostraron valores de capacidad antioxidante similares a la de la bebida control ( $p > 0.05$ ), lo que indica que la presencia de polifenoles y de antocianinas del jugo de agraz en las bebidas no afectó significativamente este parámetro. Observaciones similares fueron reportadas por Gironés-Vilaplana y col. (2014) para bebidas isotónicas a base de mezclas de jugo de limón con asaí.

**Figura 5-6.** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH • de las bebidas adicionadas de polvo de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábica obtenidos mediante liofilización.

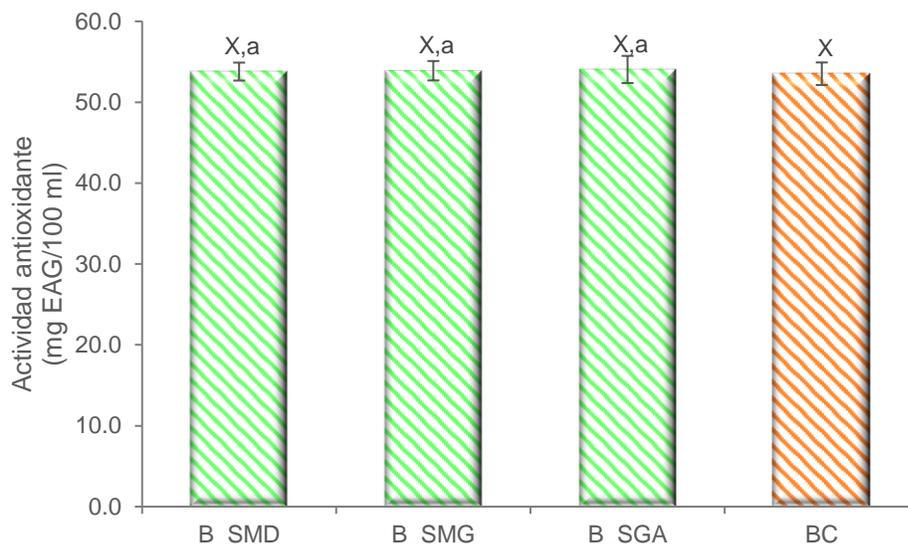


EAG: Equivalentes de ácido gálico. Letras superíndices mayúsculas (X,Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a,b,c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ).

En la Figura 5-7 no se observaron diferencias estadísticamente significativas entre los valores de actividad antioxidante para la bebida control y las bebidas adicionadas con polvos de jugo de agraz obtenidos mediante secado por atomización ( $p > 0.05$ ).

Varios autores han observado una correlación lineal entre el contenido de polifenoles totales y su actividad inhibitoria frente al radical DPPH• (Garrido Makinistian et al., 2019). Sin embargo, se ha reportado que existe una concentración por encima de la cual se alcanza una meseta en la que la actividad antiradicalaria se hace independiente de la concentración de compuestos fenólicos (Limanto et al., 2019). Por lo que este comportamiento pudo ser debido a que la concentración de compuestos antioxidantes del jugo de limón presente en todas las bebidas supera el límite por debajo del cual la actividad antiradicalaria depende de la concentración de polifenoles totales.

**Figura 5-7.** Actividad antioxidante determinada por el método DPPH • de las bebidas adicionadas de polvo de jugo de agraz con maltodextrina y/o goma arábiga obtenidos mediante secado por atomización.



EAG: Equivalentes de ácido gálico. Letras superíndices mayúsculas (X, Y) indican diferencias significativas con la muestra control y minúsculas (a, b, c) diferencias entre grupos, con un nivel de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ).

### 5.3 Conclusiones

El uso de polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización y secado por atomización como ingredientes de bebidas permitió incrementar su contenido de compuestos bioactivos. Se obtuvieron bebidas translúcidas con una coloración rojiza originada por la presencia de antocianinas, siendo mayor la saturación de color en las bebidas con polvos de jugo de agraz obtenidos mediante secado por atomización. La adición de polvos de jugo de agraz obtenidos por liofilización o secado por atomización no afectó la actividad antioxidante de las bebidas, independientemente del agente encapsulante empleado. Estos resultados sugieren que los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización y secado por atomización pueden ser potencialmente empleados como colorantes naturales en bebidas.

## **6 CONCLUSIONES GENERALES Y RECOMENDACIONES**

La maltodextrina como coadyuvante de liofilización de jugo de agraz permitió la obtención de polvos fáciles de manipular, con baja actividad acuosa, alta solubilidad en agua, buena fluidez, con contenidos de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante deseables. El contenido de maltodextrina en las muestras afectó significativamente características como el contenido de compuestos bioactivos, la capacidad antioxidante, la luminosidad y la densidad aparente de los polvos de jugo de agraz. Las muestras con 30% y 50% de maltodextrina mostraron la mayor eficiencia de encapsulación de antocianinas (89%) y polifenoles (98%), respectivamente.

Los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización con maltodextrina y/o goma arábica mostraron características fisicoquímicas aptas para productos en polvo, como por ejemplo baja actividad acuosa, alta solubilidad en agua y fluidez. La eficiencia de encapsulación de polifenoles y antocianinas fue superior para los productos en los cuales se utilizaron los materiales maltodextrina y goma arábica por separado en lugar de sus mezclas. El uso de maltodextrina sola como coadyuvante de liofilización de jugo de agraz dio lugar a polvos con mayores contenidos de polifenoles y antocianinas totales, así como también mejores propiedades de fluidez.

El uso de los materiales de pared compuestos por maltodextrina, goma arábica y la combinación de los dos para la encapsulación de jugo de agraz por medio secado por atomización, dio lugar a polvos con bajos contenidos de humedad, actividad de agua, con alta solubilidad en agua y fluidez y con características de color y contenido de compuestos bioactivos deseables. La actividad antioxidante, el contenido de polifenoles totales y la eficiencia de encapsulación de polifenoles fueron superiores para las muestras en las

cuales se utilizó la mezcla de los dos materiales maltodextrina y goma arábica. Mientras que el contenido de antocianinas monoméricas, así como también la eficiencia de encapsulación de antocianinas fueron más altos para la muestra con sólo maltodextrina.

En los estudios de espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier, no se detectaron interacciones químicas entre los componentes del jugo de agraz y los agentes encapsulantes en ninguna de las formulaciones evaluadas.

Los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización y secado por atomización con maltodextrina y/o goma arábica utilizados como ingredientes de bebidas permitieron incrementar su contenido de polifenoles y de antocianinas monoméricas totales, así como también dieron lugar a bebidas con tonalidades rojizas debido a la presencia de antocianinas. Sin embargo, los polvos de jugo de agraz no afectaron la actividad antioxidante de las bebidas, independientemente del agente encapsulante y de la tecnología empleados.

La utilización de maltodextrina y/o goma arábica como materiales de pared para la encapsulación de jugo de agraz por medio de liofilización y secado por atomización, permitió obtener polvos aptos para emplearse como ingredientes funcionales en la formulación de nuevos alimentos.

Como investigaciones futuras se recomienda realizar una evaluación técnica de la estabilidad de los polvos de jugo de agraz obtenidos mediante liofilización y secado por atomización, para determinar su vida útil y las mejores condiciones de empaque y almacenamiento. También se sugiere someter a las bebidas con adición de polvo de jugo de agraz a una evaluación desde el punto de vista sensorial.

## A. Anexo: Publicaciones científicas

Resultados parciales del presente trabajo fueron publicados, así:

Estupiñan-Amaya, M., Fuenmayor, C.A., & López-Córdoba, A. (2020). New freeze-dried andean blueberry juice powders for potential application as a functional food ingredients: Effect of maltodextrin on bioactive and morphological features. *Molecules*, 25(23).  
<https://doi.org/10.3390/molecules25235635>

Article

# New Freeze-Dried Andean Blueberry Juice Powders for Potential Application as Functional Food

## Ingredients: Effect of Maltodextrin on Bioactive and Morphological Features

Mauren Estupiñan-Amaya <sup>1</sup>, Carlos Alberto Fuenmayor <sup>2</sup>  and Alex López-Córdoba <sup>1,\*</sup> 

<sup>1</sup> Facultad Seccional Duitama, Escuela de Administración de Empresas Agropecuarias, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Carrera 18 con Calle 22 Duitama, Boyaca 150461, Colombia; maurenst01@gmail.com

<sup>2</sup> Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos (ICTA), Universidad Nacional de Colombia, Av. Carrera 30 # 45-03, Bogota 111321, Colombia; cafuenmayorb@unal.edu.co

\* Correspondence: alex.lopez01@uptc.edu.co; Tel.: +57-8-7604100

Academic Editors: Severina Pacifico and Simona Piccolella

Received: 29 October 2020; Accepted: 23 November 2020; Published: 30 November 2020



**Abstract:** Andean blueberry (*Vaccinium meridionale* Swartz) fruits are an underutilized source of anthocyanins and other valuable bioactive phytochemicals. The purpose of this work was to obtain Andean blueberry juice powders via freeze-drying processing and evaluate the effect of maltodextrin as a drying aid on their physicochemical, technological, microstructural, and bioactive characteristics. Andean blueberry juices were mixed with variable proportions of maltodextrin (20–50%); freeze-dried; and characterized in terms of their tristimulus color, Fourier transform infrared spectra (FTIR), moisture content, water activity, morphology, water solubility, flow properties, total polyphenols and anthocyanins content, and DPPH<sup>•</sup>-scavenging capacity. The powders obtained presented suitable characteristics in terms of their water activity (<0.5), solubility (>90%), and bioactive compound recovery (>70% for total phenolics, and >60% for total monomeric anthocyanins), with antioxidant activities up to 4 mg equivalent of gallic acid/g of dry matter. Although an increased content of maltodextrin resulted in lower concentrations of phytochemicals, as expected, it also favored an increased % recovery (over 90% of total phenolics at the highest maltodextrin proportion) and improved their flow properties. Freeze-dried juice powders are a potential alternative for the stabilization and value addition of this fruit as a new source of functionality for processed foods.

**Keywords:** anthocyanins; antioxidant activity; bioactive compounds; colorants; fruit juices; polyphenols; wild blueberry

### 1. Introduction

The use of natural ingredients has received widespread attention in recent years due to its high demand in different industrial fields such as food, pharmaceuticals, and cosmetics [1]. In particular, in the food industry there is a growing interest in the extraction, characterization, and stabilization of new natural ingredients that can be further incorporated into functional foods.

The genus *Vaccinium* (family Ericaceae) comprises about 450 species, known for their high content of phytochemicals [2]. Andean blueberry (*Vaccinium meridionale* Swartz) is a wild shrub with few commercial exploitations that grows in the Andean region of South America at 2300–3300 m above sea level (m.a.s.l.) [3]. Several studies have reported that Andean blueberry fruits are a rich source of bioactive compounds, such as anthocyanins, flavonoids, and phenolic acids, which have been associated with antioxidant, anticarcinogenic, and anti-inflammatory properties [4–6].

Andean blueberry fruits are commonly marketed either fresh or processed into jellies and jams, with a very low supply of derived value-added products [4]. Andean blueberry juice is very attractive to small-scale food processors of rural areas because it is easy to produce and has adequate sensory properties [7]. Indeed, several studies had reported that Andean blueberry juice has a high potential for use as an antioxidant additive or functional ingredient in foods because it is rich in polyphenols and has a high antioxidant capacity [3,4]. However, as with most fruit juices Andean blueberry juices are susceptible to microbial spoilage and degradation due to their high moisture content. Moreover, the anthocyanin content and antioxidant capacity of Andean blueberry juice are significantly reduced during storage [3,8]. Therefore, it is necessary to develop strategies to increase their storage life.

The dehydration of fruit juices is a promising approach to obtain highly stable dried powders that are more resistant to microbial and oxidative degradation, light in weight, and readily soluble; furthermore, it enables room temperature storage over longer periods [9]. Several drying techniques are available for the production of food powders at an industrial scale, with freeze drying and spray-drying being the most successful methods for fruit juice powder production [10].

Freeze drying is a low-temperature dehydration process that removes ice or frozen solvent through sublimation and has the advantages of being flexible, straightforward, and easily scalable [11,12]. Additionally, freeze-drying is suitable for the processing of heat-sensitive active compounds, because substances are not exposed to high temperatures, unlike in conventional air-drying and spray-drying [12,13]. Nonetheless, fruit juices are generally difficult to dry due to their high content of sugars and organic acids, which make the dried products extremely hygroscopic, adhesive, and very susceptible to degradation during storage. Therefore, food-grade drying aids (carriers), such as maltodextrin and gum Arabic, have been added to spray-dried or freeze-dried fruit juices [9,14].

Maltodextrins are polysaccharides obtained by the partial enzymatic or acid hydrolysis of starch that consist of  $\beta$ -D-glucose units linked mainly by glycosidic bonds  $\alpha(1\rightarrow4)$ . These low-cost carbohydrate polymers feature good film-forming properties, a high water solubility, and a neutral taste and aroma [10]. It has been reported that maltodextrins allow obtaining juice powders with a good stability against oxidation, ease of handling, improved solubility, and extended shelf life [10]. Several studies have been carried out to evaluate the optimal drying conditions for different fruit juices. Lachowicz et al. [15] studied the effect of maltodextrin and inulin on the protection of natural antioxidants in powders made of Saskatoon berry fruit, juice, and pomace, finding that the freeze-drying process using these wall materials led to the highest content of polyphenolic compounds and antioxidant activity. Pudziuvelyte et al. [16] encapsulated *Elsholtzia ciliata* ethanolic extract by freeze-drying using skim milk, sodium caseinate, gum Arabic, maltodextrin,  $\beta$ -cyclodextrin, and resistant maltodextrin, alone or in mixtures of two or four encapsulants. The highest value of encapsulation efficiency of phenolic compounds was obtained for powders prepared using sodium caseinate alone or in a mixture with resistant maltodextrin and maltodextrin.

The aim of the current work was to develop freeze-dried Andean blueberry juice powders for potential applications as ingredients with bioactive characteristics. The effect of the addition of different maltodextrin concentrations (20–50%) on the moisture content, water activity, water solubility, bulk density, flow properties, color attributes, morphology, polyphenols and anthocyanins content, and antioxidant capacity of the juice powders was evaluated. To the best of our knowledge, this is the first report on powders from freeze-dried Andean blueberry juice.

## 2. Results and Discussion

### 2.1. Andean Blueberry Juice Properties

The physicochemical properties of the Andean blueberry juice used in this work are presented in Table 1. The juice was characterized by a relatively high content of soluble solids (13.27 °Brix) and high concentrations of antioxidants, both total phenolic compounds and anthocyanins, which are expected to be more stable at the mildly acidic pH of this product (2.91) [17]. In fact, the juice presented a

DPPH radical scavenging capacity of 19.1 mg GAE/g dw. These characteristics, along with its deep ruby color, similar to that of Tannat or Merlot wines, and sweet characteristic taste highlight that this product is suitable for consumption as fresh juice with antioxidant features or for addition as a functional ingredient. The composition of berry fruits and juices depends on the cultivar, maturity stage, and agro-climatic conditions. In particular, the characteristics of Andean blueberry could be more variable because it grows as a wild shrub. According to previous reports, Andean blueberry fruits at maturity stages have a soluble solids content ranging between 12 and 18 °Brix, a pH between 2.5 and 3.0, a dry solid content between 17% and 23%, total monomeric anthocyanins between  $\sim 329 \pm 28$  mg cyd-3-glu/100 g, and phenolic compounds  $\sim 758.6 \pm 62.3$  mg gallic acid equivalent/100 g [3,18]. Franco et al. found similar values to those reported in this study (Table 1) when they evaluated the physicochemical properties of Andean blueberry nectar [19]. Casati et al. [20] evaluated the physicochemical characteristics from berries juices cultivated in Argentina (blueberry, elderberry, blackcurrant, and maqui berry), finding soluble solids contents ranging between 9.0 and 14.8 °Brix, a pH between 3.4 and 4.2, a water activity between 0.983 and 0.989, total polyphenol contents between 2970 and 9340, and total monomeric anthocyanins contents between 288 and 1795.4 mg cyd-3-glu/L.

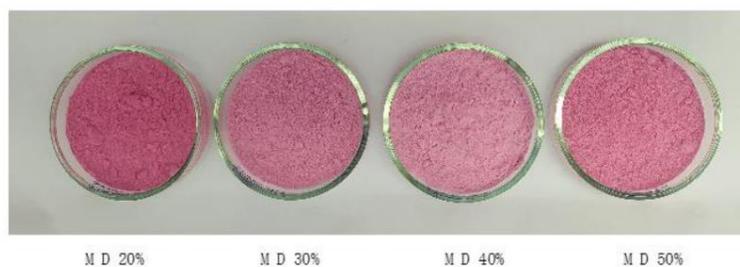
**Table 1.** Physicochemical properties of the Andean blueberry juice.

Physicochemical Property	Value
Soluble solids content (°Brix)	13.27 ± 0.05
Dry solid content (%)	11.6 ± 0.3
pH	2.91 ± 0.07
Water activity	0.97 ± 0.01
Color coordinates (CIELAB)	L* = 22.7 ± 0.4
	a* = 22.5 ± 0.4
	b* = 7.8 ± 0.5
	h = 19.2 ± 1.9
Total polyphenol content (mg GAE/L)	2032.5 ± 41.7
Monomeric anthocyanin content (mg cyd-3-glu/L)	371.5 ± 20.1
Antioxidant capacity (mg GAE/g dw)	19.1 ± 0.3

mg GAE: milligrams equivalents of gallic acid; g dw: grams of dry matter; mg cyd-3-glu: milligrams of cyanidin 3-glucoside.

## 2.2. Physicochemical and Morphological Properties of the Juice Freeze-Dried Powders

Mixtures of the extracted blueberry juices and maltodextrin with no further ingredients were prepared and subjected to freeze drying processing to obtain juice powders. The general appearance of the juice powders obtained with the addition of maltodextrin is shown in Figure 1; unlike the maltodextrin-free freeze-dried juice (Figure S1, Supplementary Material), these powders were solid, easily manageable, and did not adhere to solid surfaces.



**Figure 1.** Images of freeze-dried powders obtained using different maltodextrin (MD) concentrations.

The CIELAB color coordinates of Andean blueberry juice powders are given in Table 2. Compared to the deep ruby color of the pure juice, the colors of the powders were dark fuchsia pink. The lightness of the Andean blueberry juice powders increased when the maltodextrin concentration increased from 20% to 40% (i.e., a lighter color). Above this material amount, a slight decrease in this parameter was observed (Table 2). Other authors have also described a higher lightness after the addition of higher maltodextrin amounts [21].

**Table 2.** Color parameter of Andean blueberry juice freeze-dried powders obtained with different concentrations of maltodextrin.

Maltodextrin Concentration (%)	L*	a*	b*	h	Chroma
20	47.2 ± 0.8 <sup>a</sup>	42.3 ± 0.5 <sup>a</sup>	2.6 ± 0.4 <sup>a</sup>	3.6 ± 0.5 <sup>a</sup>	42.3 ± 0.5 <sup>a</sup>
30	54.2 ± 0.6 <sup>b</sup>	36.6 ± 0.3 <sup>b</sup>	1.4 ± 0.1 <sup>b</sup>	2.2 ± 0.2 <sup>b</sup>	36.6 ± 0.3 <sup>b</sup>
40	56.7 ± 1.1 <sup>c</sup>	35.6 ± 0.6 <sup>b</sup>	3.4 ± 0.4 <sup>a</sup>	5.5 ± 0.6 <sup>c</sup>	35.8 ± 0.6 <sup>b</sup>
50	52.7 ± 1.7 <sup>b</sup>	38.0 ± 2.7 <sup>b</sup>	2.9 ± 0.4 <sup>a</sup>	4.3 ± 0.7 <sup>b</sup>	38.1 ± 2.7 <sup>b</sup>

Different letters within the same column indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).

Hue angle ( $h$ ) and chroma are a very important color attributes that characterize the perception and the purity and intensity of the color, respectively. All the powders showed low  $h$  values (i.e., closest to the angle for red ( $0^\circ$ )), as expected in this type of products (Table 2).

The samples with maltodextrin at 20% showed the higher values of chroma, indicating the highest intensity of color. Above this concentration, non-significant differences between the chroma values of the samples were observed (Table 2). As expected, the samples with a higher Andean blueberry juice concentration (maltodextrin at 20%) showed the higher values of coordinate  $a^*$  (indicating redness) (Table 2).

The moisture content and the water activity of the Andean blueberry freeze-dried powders ranged from 4.0% to 9.0% and from 0.2 to 0.5, respectively (Table 3). The longer shelf life of dried products is closely related to lower moisture content and water activity. It has been reported that, in dried food powders with a low water activity ( $a_w < 0.6$ ), no microbial proliferation occurs, and the product could be considered fully stable in that respect [22]. Similar results were obtained for sumac extract powders by Caliskan et al. [14].

**Table 3.** Moisture content, water activity, and water solubility of Andean blueberry juice freeze-dried powders obtained with different concentrations of maltodextrin.

Maltodextrin Concentration (%)	Moisture Content (%)	Water Activity ( $a_w$ )	Water Solubility (%)
20	6.1 ± 0.4 <sup>a</sup>	0.31 ± 0.03 <sup>a</sup>	94.6 ± 0.4 <sup>a</sup>
30	4.3 ± 0.1 <sup>b</sup>	0.27 ± 0.01 <sup>a</sup>	93.2 ± 0.9 <sup>a</sup>
40	5.4 ± 0.1 <sup>a,b</sup>	0.41 ± 0.05 <sup>b</sup>	92.8 ± 0.8 <sup>a</sup>
50	8.6 ± 0.3 <sup>c</sup>	0.52 ± 0.01 <sup>c</sup>	91.1 ± 0.5 <sup>a</sup>

Different letters within the same column indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).

The microstructure of the encapsulated dried fruit extracts is relevant to their water reconstitution behavior, flowability, and other techno-functional characteristics; although it is mainly dependent on the type of encapsulant and the drying technique, it can vary according to the extract-encapsulant interactions and ratio [23]. Figure 2 shows SEM images of the freeze-dried Andean blueberry juice powders obtained using different concentrations of maltodextrin. All the images show the typical morphology of freeze-dried powders, with an irregular glassy shape [12,16]. In this case, the microstructure of the powders appeared to be mainly defined by the characteristic crystallinity of the maltodextrin, even at lower (20%) encapsulant concentrations. This indicates that the thermodynamic compatibility between maltodextrin and the Andean blueberry juice solids allows for obtaining

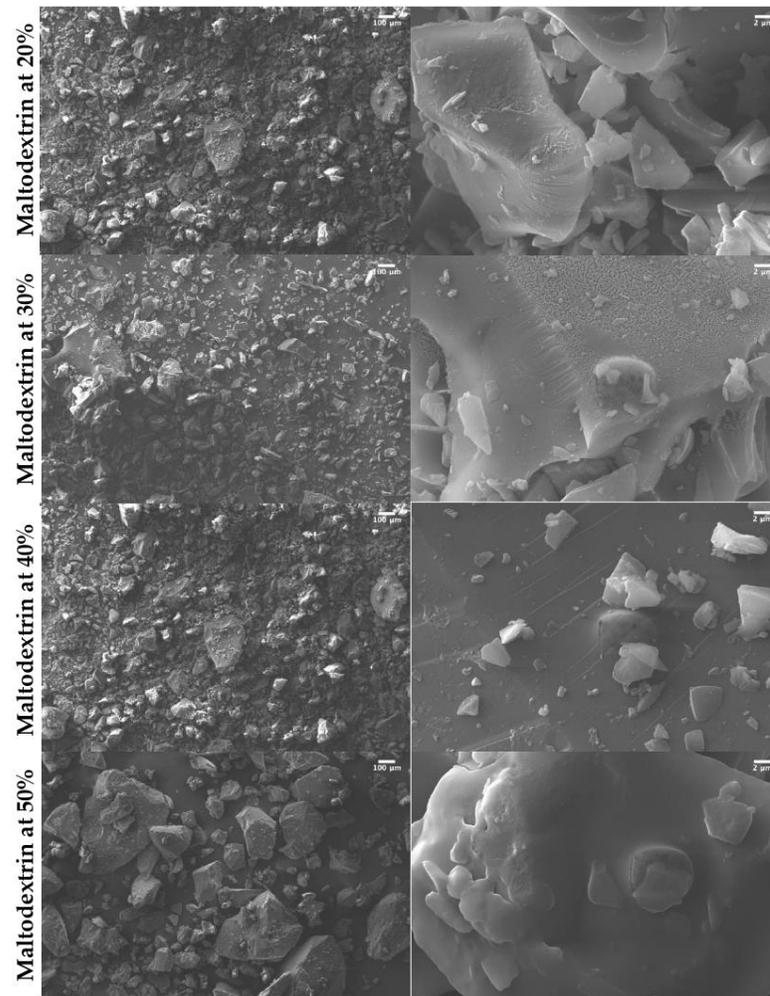
amorphous but microscopically homogeneous encapsulated materials via freeze-drying, and suggests that the macroscopical and techno-functional properties of these powders will be defined by those of the encapsulant, thus enhancing their manageability as a powdery food ingredient. The observed differences in the particle sizes might be attributed to the grounding of the freezing-dried cakes [24]. González-Ortega et al. [25] encapsulated olive leaf extract by freeze-drying, reporting that a porous cake was obtained due to the sublimation of the ice, giving rise to a structure made of a glassy matrix containing air cells whose size and shape depended on the processing conditions used and the composition of the initial system.

To evaluate the effect of freeze drying on the spectral characteristic of the juices and possible interactions between the Andean blueberry juice solids and maltodextrin at the processing conditions, the absorbance spectra of the powders in the mid-infrared region of electromagnetic radiation were recorded. Figure 3 shows the infrared spectra ( $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ ) of the Andean blueberry juice powders obtained with different concentrations of maltodextrin. The spectra of the Andean blueberry juice and the maltodextrin are shown for comparison. Andean blueberry juices featured characteristic bands at  $1712\text{ cm}^{-1}$  corresponding to  $\text{C}=\text{O}$  bonds, and at  $1630\text{ cm}^{-1}$  and  $1521\text{ cm}^{-1}$  previously associated with the  $\text{C}=\text{C}$  vibrations of polyphenolic compounds from anthocyanin-rich berry extracts [26]. The IR spectra of all Andean blueberry juice powders showed the characteristic bands of maltodextrin at  $3300\text{ cm}^{-1}$  (O–H stretching),  $2905\text{ cm}^{-1}$  (C–H<sub>2</sub> asymmetric stretching),  $1641\text{ cm}^{-1}$  (free carboxyl groups),  $1150\text{ cm}^{-1}$  (C–O stretching),  $1005\text{ cm}^{-1}$  (C–O stretching), and  $929\text{ cm}^{-1}$  (C–O–C stretching of glycosidic bonds; CH<sub>2</sub> out of plane bending) [27]. The characteristic absorption bands of Andean blueberry juice were also detected in the juice in the freeze-dried powders (Figure 3).

The absorbance of the bands located at  $1630$ ,  $1521$ ,  $1410$  and  $1024\text{ cm}^{-1}$ , associated with phenolic compounds and in particular with the presence of anthocyanins [26], were quantitatively correlated with the juice content of the powders, which indicates that FTIR-ATR measurements could be used as fast technique to assess the actual juice content in this type of ingredients. The absence of bands unrelated to either maltodextrin or Andean blueberry juice suggest that maltodextrin was an inert wall material with no observable chemical interactions with the Andean blueberry juices.

### 2.3. Technological Features of the Juice Freeze-Dried Powders

Table 4 shows the flow properties of Andean blueberry juice freeze-dried powders obtained with different concentrations of maltodextrin. The bulk density of the freeze-dried powders increased with the increase in the maltodextrin concentration—i.e., the samples with lower maltodextrin concentrations showed higher cohesiveness. The results obtained were similar to those determined for freeze-dried powders containing cinnamon infusions ( $536\text{--}554\text{ kg} \times \text{m}^{-3}$ ) [28] and sea buckthorn juice ( $512.7\text{ kg} \times \text{m}^{-3}$ ) [21]. All the powders showed an increase in their bulk density due to the tapping suggesting the presence of attractive forces and friction [29]. On the other hand, the samples with a maltodextrin concentration at 40% and 50% showed a slight decrease in the Hausner ratio and a lower Carr index and angle of repose than the powders with 20% and 30% of wall material, indicating better flow properties (Table 4). In general, higher maltodextrin proportions improved the flowability of the freeze-dried juices. Similar observations were reported by Caliskan et al. [14] when analyzing the effect of different amounts of maltodextrin addition on the powder properties of freeze-dried sumac extract powders.



**Figure 2.** Scanning electron microscopy (SEM) images of freeze-dried powders obtained using different wall materials and mixtures.

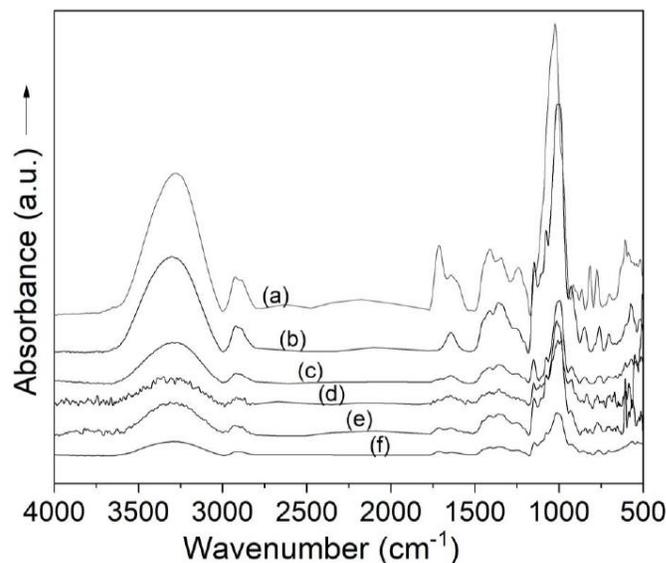


Figure 3. FTIR spectra of Andean blueberry juice (a); maltodextrin (b); and Andean blueberry juice powders with maltodextrin at 20% (c), 30% (d), 40% (e), and 50% (f).

Table 4. Flow properties of Andean blueberry juice freeze-dried powders obtained with different concentrations of maltodextrin.

Maltodextrin Concentration (%)	Bulk Density $\text{kg} \times \text{m}^{-3}$	Tapped Density $\text{kg} \times \text{m}^{-3}$	Hausner Ratio	Carr Index (%)	Angle of Repose ( $^{\circ}$ )
20	$470 \pm 24^a$	$545 \pm 44^a$	$1.2 \pm 0.1^{a,b}$	$20.7 \pm 2.6^a$	$35.4 \pm 0.3^a$
30	$502 \pm 20^a$	$615 \pm 17^b$	$1.2 \pm 0.1^a$	$15.6 \pm 0.4^b$	$37.0 \pm 0.5^a$
40	$585 \pm 35^b$	$674 \pm 39^c$	$1.1 \pm 0.1^{a,b}$	$11.6 \pm 0.7^c$	$36.3 \pm 1.1^a$
50	$595 \pm 41^b$	$650 \pm 43^{b,c}$	$1.1 \pm 0.1^b$	$6.1 \pm 0.2^d$	$27.0 \pm 0.9^b$

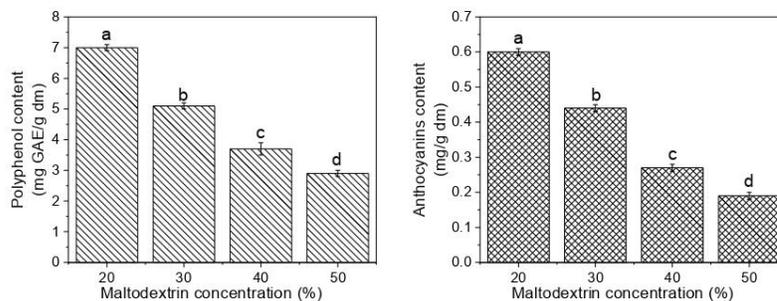
Different letters within the same column indicate significant differences ( $p < 0.05$ ).

The water solubility of the freeze-dried powders is significant for its incorporation in food systems [14]. All the freeze-dried Andean blueberry juice powders showed a similar water solubility—i.e., close to 93%—regardless of the maltodextrin concentration added (Table 3). This behavior can be attributed to the high solubility of maltodextrin in water and is in accordance with the microstructure similarity of the powders obtained at different encapsulant proportions in the SEM observations. Franceschinis et al. [30] reported a water solubility (%) of almost 100% for powders from blackberry juice obtained by freeze and spray-drying. Several authors have reported that the water solubility of freeze-dried powders depends on the morphology, the particle size, the inter-particle voids of powders, and the properties of juice and carrier agents [29].

#### 2.4. Bioactive Characteristics of Andean Blueberry Powders with Different Maltodextrin Additions

The determination of the active compound content of freeze-dried fruit juice powders is important for estimating the powder amount necessary to reach a determined active compounds level in a food formulation. Figure 4 shows the total polyphenol content and total monomeric anthocyanin of freeze-dried Andean blueberry juice powders with different concentrations of maltodextrin. In general, a decrease in the total polyphenol content and the total monomeric anthocyanin of the powders was observed as the maltodextrin concentration in the formulations increased—i.e., as the juice amount

in the powders decreased. The content of total phenolic compound ranged between 2.9 and 7.0 mg GAE/g of dry matter, while the monomeric anthocyanins content ranged between 0.19 and 0.60 mg cyd-3-glu/g of dry matter. The results obtained in this study were close to the ones previously reported by Casati et al. [20] for freeze-dried blueberry (*Vaccinium corymbosum*) powders: phenolic contents of 7.69 mg GAE/g and total monomeric anthocyanins content of 0.74 mg/g.

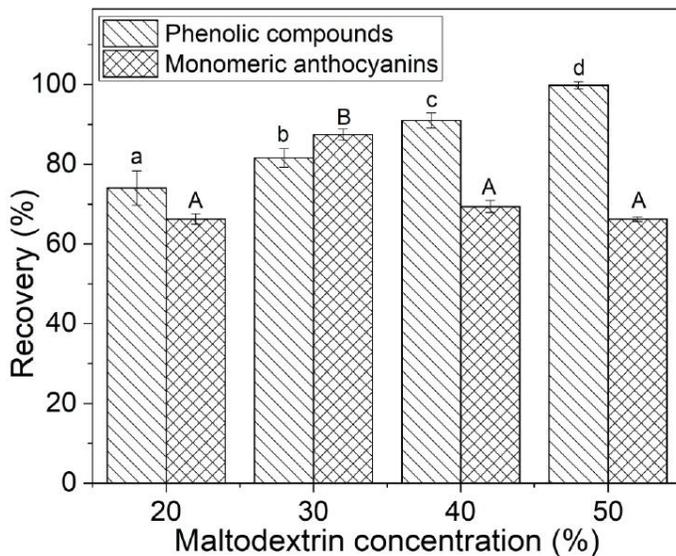


**Figure 4.** Total polyphenol content and total monomeric anthocyanin of freeze-dried Andean blueberry juice powders with different concentrations of maltodextrin. Values with different superscript letters are significantly different ( $p < 0.05$ ).

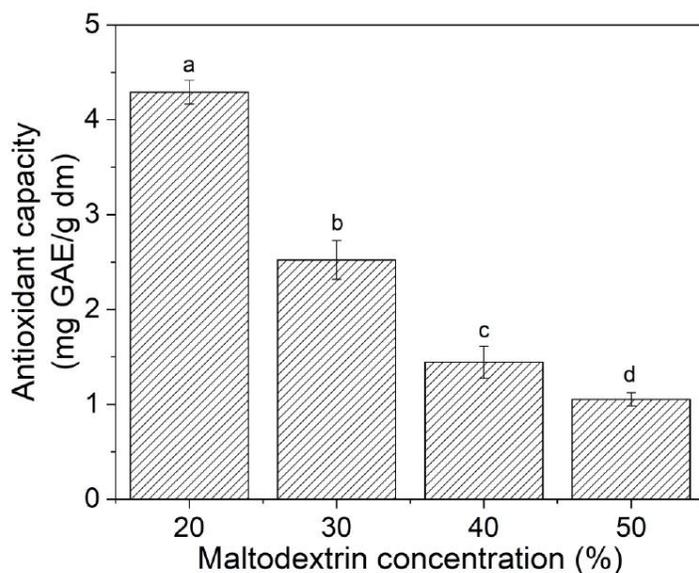
On the other hand, the retention of phenolic compounds of the freeze-dried powders was significantly improved with increasing the maltodextrin concentration in the formulations (Figure 5). In all cases, retention percentages of phenolic compounds greater than 70% were obtained, with a higher recovery in the powders with 50% of maltodextrin. The percentage of recovery of monomeric anthocyanins increased significantly when the maltodextrin concentration increased from 20% to 30% (Figure 5). However, above this concentration a significant decrease in anthocyanin retention was observed. Romero-González et al. [31], when working with maqui juice freeze-dried powders, reported that the anthocyanin efficiency values decreased at a higher proportion of added polysaccharides (maltodextrin, gum Arabic, inulin, and their blends). Franceschinis et al. [30], when working with freeze-dried blackberry powders, reported percentages of the retention of polyphenols and anthocyanins of 73% and 75%, respectively.

Figure 6 shows the antioxidant activity of the freeze-dried powders obtained using different maltodextrin (MD) concentrations. The DPPH<sup>•</sup>-scavenging activity of the freeze-dried powders increased as the maltodextrin concentration in the formulation decreased. In this sense, a high correlation ( $R^2 = 0.99$ ) between the polyphenol content and the antioxidant activity of the powders was obtained, indicating a strong influence of the phenolic compound on this parameter. This correlation between polyphenol content and antioxidant capacity was also observed by Garrido-Makinistian et al. [32] in maqui powders obtained by spray-drying.

Garzón et al. reported that the high antioxidant activity of Andean blueberry fruits could be due to the high concentration and the chemical structure of its phenolic compounds. They detected in this fruit through high-performance liquid chromatography with photodiode array detection (HPLC-DAD) and HPLC-electrospray ionization tandem mass spectrometry (ESI-MS/MS) the presence of bioactive compounds with a strong antioxidant activity, such as monoglucosides of cyanidin and delphinidin, chlorogenic acid, and quercetin [4].



**Figure 5.** Recovery (%) of the total polyphenol content and total monomeric anthocyanin in freeze-dried Andean blueberry juice powders with different concentrations of maltodextrin. Values with different superscript letters are significantly different ( $p < 0.05$ ).



**Figure 6.** Antioxidant activity (DPPH\* scavenging capacity) of the freeze-dried powders obtained using different maltodextrin (MD) concentrations. Values with different superscript letters are significantly different ( $p < 0.05$ ).

### 3. Materials and Methods

#### 3.1. Materials

Andean blueberries (*Vaccinium meridionale* Swart) maturity stage 5 (100% dark purple) were obtained in Ráquira (Boyacá, Colombia) at 2150 m.a.s.l. The berries were examined previous to its use to separate fruits with physical, mechanical, or microbial damage. The fruits were washed and disinfected with a 100 mg L<sup>-1</sup> of chlorine solution.

Maltodextrin (MD) dextrose equivalent (DE) 18–22 from Tecnas S.A. (Medellín, Colombia) was used as a carrier. Folin–Ciocalteu reagent was purchased from Panreac (Barcelona, Spain) and gallic acid was purchased from Merck (Darmstadt, Germany). 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH<sup>•</sup>) reagent was purchased from Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA). All the chemicals used were of analytical grade.

#### 3.2. Preparation of Andean Blueberry Juice and Freeze-Drying Formulations

Andean blueberry juices were squeezed from crushed fruits using a juice press extractor and vacuum filtered through Whatman paper N<sup>o</sup> 1.

Four formulations for freeze drying were obtained blending the juice (J) with maltodextrin (MD) in the following ratios (J:MD): 80:20 (MD20), 70:30 (MD30), 60:40 (MD40), and 50:50 (MD50). Maltodextrin was dissolved in the Andean blueberry juices under constant stirring using a EUROSTAR 20 vertical agitator at 800 rpm (IKA, Staufen, Germany). The homogenized formulations were poured on aluminum trays for the freezing drying process.

In preliminary experiments, the freeze drying of pure juices (100:0) and its blend with maltodextrin at 10% (90:10) was also assayed, but these formulations did not lead to stable juice powders (Table S1, Supplementary Material).

#### 3.3. Freeze Drying

All the formulations were frozen at −20 °C for 24 h and then dried using a BUCHI Lyovapor L-200 freeze dryer (Flawil, Switzerland). It was operated at −55 °C at a chamber pressure of 0.1 mbar for 48 h. The freeze-drying cakes were grounded to obtain powders and stored in hermetic flask until use.

#### 3.4. pH and Soluble Solids Content

The pH was assessed using a digital pH meter (Oakton Instruments, Vernon Hills, IL, USA) (AOAC 981.12). The soluble solids content was measured in the fruit juice using an Atago refractometer model PR 101 (Atago CO., Tokyo, Japan) and expressed as °Brix (AOAC 932.12).

#### 3.5. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

FTIR analysis was performed using FT/IR-4100 equipment (JASCO, Hachioji, Tokyo, Japan) equipped with a diamond single reflection attenuated total reflectance (ATR) module. Portions of the samples (approximately 10 mg) were placed on the ATR accessory and analyzed under reflectance mode. A total of 24 spectra per sample were acquired with 24 scans per spectrum with a spectral resolution of 4 cm<sup>-1</sup> in the spectral interval 4000–450 cm<sup>-1</sup>. The measured spectra were recorded and pre-treated with the built-in procedures for water elimination using the software Spectra Manager (v.2.7, JASCO Hachioji, Tokyo, Japan).

#### 3.6. Color

Color was measured using a tristimulus Minolta colorimeter (Konica-Minolta CR-10, Osaka, Japan) and was reported in CIELab parameters (L\*, a\* and b\* values), where L\* was used to denote lightness, a\* redness (+) and greenness (−), and b\* yellowness (+) and blueness (−).

Hue angle ( $h$ ) and chroma values were calculated using the following equations:

$$h = \tan^{-1}\left(\frac{b^*}{a^*}\right), \quad (1)$$

$$\text{Croma} = [a^{*2} + b^{*2}]^{1/2} \quad (2)$$

### 3.7. Morphological Analysis

The morphological characteristics of the freeze-dried powders were investigated by Scanning Electron Microscopy (SEM) using a ZEISS EVO MA10 microscope (Carl Zeiss SMT Ltd., Cambridge, UK). The powders were attached to stubs, coated with a layer of gold, and examined using an acceleration voltage of 20 kV.

### 3.8. Moisture Content and Water Activity

Humidity content (%) was measured gravimetrically, drying the freeze-dried powders in an oven at 105 °C until they reached a constant weight (AOAC, 1998). Values of water activity ( $a_w$ ) were determined using an AquaLab Serie 3 TE (Pullman, WA, USA) apparatus (AOAC, 1998).

### 3.9. Water-Solubility

Water solubility was determined by blending 1 g of the freeze-dried powders with 100 mL of distilled water at room temperature with continuous stirring at 1000 rpm for 5 min (IKA RT5 magnetic stirring, Staufen, Germany). The rehydrated juice was centrifuged at 1500 rpm for 5 min and the supernatant was dried at 105 °C until constant weight. The dry weight was used to calculate solubility as a percentage.

### 3.10. Total Polyphenols Content

The total polyphenols content of Andean blueberry juice and powders was determined by the Folin–Ciocalteu method [33]. Briefly, 400  $\mu$ L of reconstituted juice was mixed with 2 mL of Folin–Ciocalteu reagent (1:10 diluted). Then, 1.6 mL of sodium carbonate (7%  $w/v$ ) was added to each sample. After 30 min, the absorbance was measured at 760 nm using a spectrophotometer (X-ma 1200 Human Corporation, Loughborough, UK). The results were expressed as gallic acid equivalents (GAE) per gram of dry solids.

### 3.11. Total Monomeric Anthocyanins Content

The total monomeric anthocyanins content of Andean blueberry juice and powders was measured by the pH differential method [34]. Absorbencies were read at 520 and 700 nm. The anthocyanin concentration was calculated and expressed as cyanidin 3-glucoside (cyd-3-glu) using an extinction coefficient ( $\epsilon$ ) of 26,900 L  $\text{cm}^{-1} \times \text{mol}^{-1}$  and a molecular weight of 449.2 g/mol.

### 3.12. Active Compounds Recovery (%)

The recovery (%) of phenolic compounds and monomeric anthocyanins after the freeze drying process was calculated with the following equation [35]:

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{L_c}{L_0} \times 100. \quad (3)$$

where  $L_c$  and  $L_0$  are the total phenolic or monomeric anthocyanin content of the freeze-dried powders and the infeced dispersion, respectively.

### 3.13. DPPH•-Scavenging Activity

Antioxidant activity was tested as described in Brand-Williams et al. [36]. A volume of 100  $\mu$ L of each reconstituted juice was mixed with 3.9 mL of 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH•) ethanol solution (25 mg DPPH•/L). Absorbance was determined at 515 nm until the reaction reached a plateau. A calibration curve was performed using gallic acid as a standard. The results were expressed as the mg GAE per gram of dry solids.

### 3.14. Flow Properties

The loose bulk density was determined by pouring a known mass of freeze-dried powders delivered freely by gravity into a measuring cylinder and calculated by dividing the mass by the bulk volume. The tapped bulk density was calculated from the weight of powder and the volume occupied in the cylinder after being hand tapped until a constant value was reached [29,37].

The Hausner ratio and the compressibility index were estimated according to the procedures presented in López Córdoba et al. [37]

The angle of repose was determined by pouring a known mass of freeze-dried powder through a funnel located at a fixed height on a graph paper flat horizontal surface and measuring the height (h) and radius (r) of the conical pile formed. The tangent of the angle of repose is given by the h/r ratio [38].

### 3.15. Statistical Analysis

The statistical analysis was performed using the Minitab v.16 statistical software (State College, PA, USA). Analysis of variance (ANOVA) and Tukey's pairwise comparisons were carried out using a level of 95% confidence. The experiments were performed at least in triplicate, and the data were reported as means  $\pm$  standard deviations.

## 4. Conclusions

Maltodextrin was found a suitable wall material for the stabilization of Andean blueberry juice via freeze-drying because it allowed obtaining powders with good handling properties and desirable features, such as low water activity and a high water solubility. Besides this, maltodextrin is an inert wall material that does not have chemical interactions with Andean blueberry juices.

The amount of maltodextrin used in the formulations significantly affected the lightness, the bulk density, the polyphenol and monomeric anthocyanins content, and the antioxidant activity of the freeze-dried Andean blueberry juice powders. The products with maltodextrin at 30% and 50% showed higher monomeric anthocyanin and polyphenol recoveries, respectively. The antioxidant activity of the freeze-dried Andean blueberry juice was highly correlated with its content of phenolic compounds. The produced powders could be potentially employed as functional ingredients for the formulation of new value-added foods.

**Supplementary Materials:** The following are available online, Figure S1: Images of the maltodextrin-free freeze dried-powder, Table S1: Physicochemical properties of the maltodextrin-free freeze dried-powder.

**Author Contributions:** Conceptualization was devised by A.L.-C.; Methodology, Validation, and Formal Analysis were carried out by M.E.-A., C.A.F., and A.L.-C.; Investigation, Resources, Data curation, Writing Original Draft Preparation were performed by A.L.-C.; Writing—Review and Editing was performed by C.A.F. and A.L.-C.; Project administration and Funding acquisition were performed by A.L.-C. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

**Funding:** This research was funded by Minciencias, the programa Colombia BIO, and the Gobernación de Boyacá through the Fondo de Ciencia, Tecnología e Innovación del Sistema General de Regalías, managed by the Fondo "Francisco José de Caldas" (project 66038. Conv. 827-2018). Furthermore, A.L.-C. would like to thank the Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC) for their financial support.

**Acknowledgments:** The authors wish to thank the staff of the Institute of Food Science and Technology (ICTA) of the National University of Colombia, in particular Cristina Lizarazo for her kind technical support in the FTIR-ATR measurements.

**Conflicts of Interest:** The authors declare no conflict of interest.

## References

1. Da Silva, B.V.; Barreira, J.C.; Oliveira, M.B.P. Natural phytochemicals and probiotics as bioactive ingredients for functional foods: Extraction, biochemistry and protected-delivery technologies. *Trends Food Sci. Technol.* **2016**, *50*, 144–158. [[CrossRef](#)]
2. Song, G.-Q.; Hancock, J.F. *Vaccinium*. In *Wild Crop Relatives: Genomic and Breeding Resources*; Kole, C., Ed.; Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 2011; pp. 197–221, ISBN 978-3-642-16057-8.
3. Celis, M.E.M.; Franco Tobón, Y.N.; Agudelo, C.; Arango, S.S.; Rojano, B. Andean Berry (*Vaccinium meridionale Swartz*). In *Fruit and Vegetable Phytochemicals: Chemistry and Human Health*, 2nd ed.; Yahia, E.M., Ed.; John Wiley & Sons Ltd.: Hoboken, NJ, USA, 2017; Volume 2, pp. 869–882.
4. Garzón, G.A.; Narváez, C.E.; Riedl, K.M.; Schwartz, S.J. Chemical composition, anthocyanins, non-anthocyanin phenolics and antioxidant activity of wild bilberry (*Vaccinium meridionale Swartz*) from Colombia. *Food Chem.* **2010**, *122*, 980–986. [[CrossRef](#)]
5. González, M.; Samudio, I.; Sequeda-Castañeda, L.G.; Celis, C.; Iglesias, J.; Morales, L. Cytotoxic and antioxidant capacity of extracts from *Vaccinium meridionale Swartz* (Ericaceae) in transformed leukemic cell lines. *J. Appl. Pharm. Sci.* **2017**, *7*, 24–30. [[CrossRef](#)]
6. Maldonado-Celis, M.E.; Arango-Varela, S.S.; Rojano, B.A. Free radical scavenging capacity and cytotoxic and antiproliferative effects of *Vaccinium meridionale Sw.* against colon cancer cell lines. *Rev. Cuba. Plantas Med.* **2014**, *19*, 172–184.
7. Agudelo, C.D.; Ceballos, N.; Gómez-García, A.; Maldonado-Celis, M.E. Andean Berry (*Vaccinium meridionale Swartz*) Juice improves plasma antioxidant capacity and IL-6 levels in healthy people with dietary risk factors for colorectal cancer. *J. Berry Res.* **2018**, *8*, 251–261. [[CrossRef](#)]
8. Celli, G.B.; Dibazar, R.; Ghanem, A.; Brooks, M.S.-L. Degradation kinetics of anthocyanins in freeze-dried microencapsulates from lowbush blueberries (*Vaccinium angustifolium Aiton*) and prediction of shelf-life. *Dry. Technol.* **2016**, *34*, 1175–1184. [[CrossRef](#)]
9. Shishir, M.R.I.; Chen, W. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends Food Sci. Technol.* **2017**, *65*, 49–67. [[CrossRef](#)]
10. Nicoletti Telis, V.R.; Martínez-Navarrete, N. Biopolymers Used as Drying Aids in Spray-Drying and Freeze-Drying of Fruit Juices and Pulps. In *Biopolymer Engineering in Food Processing*; Nicoletti Telis, V.R., Ed.; CRC Press: Sound Parkway, NJ, USA, 2012.
11. Delshadi, R.; Bahrami, A.; Tafti, A.G.; Barba, F.J.; Williams, L.L. Micro and nano-encapsulation of vegetable and essential oils to develop functional food products with improved nutritional profiles. *Trends Food Sci. Technol.* **2020**, *104*, 72–83. [[CrossRef](#)]
12. Fredes, C.; Becerra, C.; Parada, J.; Robert, P. The Microencapsulation of Maqui (*Aristotelia chilensis* (Mol.) Stuntz) Juice by Spray-Drying and Freeze-Drying Produces Powders with Similar Anthocyanin Stability and Bioaccessibility. *Molecules* **2018**, *23*, 1227. [[CrossRef](#)]
13. Aprodu, I.; Milea, S.A.; Anghel, R.-M.; Enachi, E.; Barbu, V.; Crăciunescu, O.; Răpeanu, G.; Bahrim, G.E.; Oancea, A.; Stănciuc, N. New Functional Ingredients Based on Microencapsulation of Aqueous Anthocyanin-Rich Extracts Derived from Black Rice (*Oryza sativa* L.). *Molecules* **2019**, *24*, 3389. [[CrossRef](#)]
14. Caliskan, G.; Dirim, S.N. The effect of different drying processes and the amounts of maltodextrin addition on the powder properties of sumac extract powders. *Powder Technol.* **2016**, *287*, 308–314. [[CrossRef](#)]
15. Lachowicz, S.; Michalska-Ciechanowska, A.; Oszmiański, J. The Impact of Maltodextrin and Inulin on the Protection of Natural Antioxidants in Powders Made of Saskatoon Berry Fruit, Juice, and Pomace as Functional Food Ingredients. *Molecules* **2020**, *25*, 1805. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
16. Pudziulevityte, L.; Marksa, M.; Sosnowska, K.; Winnicka, K.; Morkuniene, R.; Bernatoniene, J. Freeze-Drying Technique for Microencapsulation of *Elsholtzia ciliata* Ethanolic Extract Using Different Coating Materials. *Molecules* **2020**, *25*, 2237. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
17. Fossen, T.; Cabrita, L.; Andersen, O.M. Colour and stability of pure anthocyanins influenced by pH including the alkaline region. *Food Chem.* **1998**, *63*, 435–440. [[CrossRef](#)]

18. Garzón, G.A.; Soto, C.Y.; López-R, M.; Riedl, K.M.; Browmiller, C.R.; Howard, L. Phenolic profile, in vitro antimicrobial activity and antioxidant capacity of *Vaccinium meridionale* Swartz pomace. *Heliyon* **2020**, *6*, e03845. [[CrossRef](#)]
19. Franco Tobon, Y.N.; Rojano, B.A.; Arbeláez Alzate, A.F.; Saavedra Morales, D.M.; Celis Maldonado, M.E. Efecto del tiempo de almacenamiento sobre las características fisicoquímicas, antioxidantes y antiproliferativa de néctar de agraz (*Vaccinium meridionale* Swartz). *Arch. Latinoam. Nutr.* **2016**, *66*, 261–271. (In Spanish)
20. Casati, C.B.; Baeza, R.; Sánchez, V. Physicochemical properties and bioactive compounds content in encapsulated freeze-dried powders obtained from blueberry, elderberry, blackcurrant and maqui berry. *J. Berry Res.* **2019**, *9*, 431–447. [[CrossRef](#)]
21. Tkacz, K.; Wojdyło, A.; Michalska-Ciechanowska, A.; Turkiewicz, I.P.; Lech, K.; Nowicka, P. Influence Carrier Agents, Drying Methods, Storage Time on Physico-Chemical Properties and Bioactive Potential of Encapsulated Sea Buckthorn Juice Powders. *Molecules* **2020**, *25*, 3801. [[CrossRef](#)]
22. Tapia, M.S.; Alzamora, S.M.; Chirife, J. Effects of Water Activity (aw) on Microbial Stability: As a Hurdle in Food Preservation. *Water Act. Foods* **2007**, 239–271.
23. Sarabandi, K.; Peighambaroust, S.H.; Sadeghi Mahoonak, A.R.; Samaei, S.P. Effect of different carriers on microstructure and physical characteristics of spray dried apple juice concentrate. *J. Food Sci. Technol.* **2018**, *55*, 3098–3109. [[CrossRef](#)]
24. Khazaei, K.M.; Jafari, S.M.; Ghorbani, M.; Hemmati Kakhki, A. Application of maltodextrin and gum Arabic in microencapsulation of saffron petal's anthocyanins and evaluating their storage stability and color. *Carbohydr. Polym.* **2014**, *105*, 57–62. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
25. González-Ortega, R.; Faieta, M.; Di Mattia, C.D.; Valbonetti, L.; Pittia, P. Microencapsulation of olive leaf extract by freeze-drying: Effect of carrier composition on process efficiency and technological properties of the powders. *J. Food Eng.* **2020**, *285*, 110089. [[CrossRef](#)]
26. Alzate-Arbeláez, A.F.; Dorta, E.; López-Alarcón, C.; Cortés, F.B.; Rojano, B.A. Immobilization of Andean berry (*Vaccinium meridionale*) polyphenols on nanocellulose isolated from banana residues: A natural food additive with antioxidant properties. *Food Chem.* **2019**, *294*, 503–517. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
27. Ballesteros, L.F.; Ramirez, M.J.; Orrego, C.E.; Teixeira, J.A.; Mussatto, S.I. Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chem.* **2017**, *237*, 623–631. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
28. Santiago-Adame, R.; Medina-Torres, L.; Gallegos-Infante, J.A.; Calderas, F.; González-Laredo, R.F.; Rocha-Guzmán, N.E.; Ochoa-Martínez, L.A.; Bernad-Bernad, M.J. Spray drying-microencapsulation of cinnamon infusions (*Cinnamomum zeylanicum*) with maltodextrin. *LWT Food Sci. Technol.* **2015**, *64*, 571–577. [[CrossRef](#)]
29. López-Córdoba, A.; Goyanes, S. Food Powder Properties. *Ref. Modul. Food Sci.* **2017**, 1–7. [[CrossRef](#)]
30. Franceschinis, L.; Salvatori, D.M.; Sosa, N.; Schebor, C. Physical and Functional Properties of Blackberry Freeze- and Spray-Dried Powders. *Dry. Technol.* **2014**, *32*, 197–207. [[CrossRef](#)]
31. Romero-González, J.; Shun Ah-Hen, K.; Lemus-Mondaca, R.; Muñoz-Fariña, O. Total phenolics, anthocyanin profile and antioxidant activity of maqui, *Aristotelia chilensis* (Mol.) Stuntz, berries extract in freeze-dried polysaccharides microcapsules. *Food Chem.* **2020**, *313*, 126115. [[CrossRef](#)]
32. Garrido Makinistian, F.; Sette, P.; Gallo, L.; Bucalá, V.; Salvatori, D. Optimized aqueous extracts of maqui (*Aristotelia chilensis*) suitable for powder production. *J. Food Sci. Technol.* **2019**, *56*, 3553–3560. [[CrossRef](#)]
33. Singleton, V.L.; Orthofer, R.; Lamuela-Raventos, R.M. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. In *Methods in Enzymology (Oxidants and Antioxidants, Part A)*; Lester Packer, L., Ed.; Academic Press: San Diego, CA, USA, 1999; Volume 299, pp. 152–178.
34. Lee, J.; Durst, R.W.; Wrolstad, R.E. Determination of Total Monomeric Anthocyanin Pigment Content of Fruit Juices, Beverages, Natural Colorants, and Wines by the pH Differential Method: Collaborative Study. *J. AOAC Int.* **2005**, *88*, 1269–1278. [[CrossRef](#)]
35. Fang, Z.; Bhandari, B. Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyphenols. *Food Chem.* **2011**, *129*, 1139–1147. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
36. Brand-Williams, W.; Cuvelier, M.E.; Berset, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT Food Sci. Technol.* **1995**, *28*, 25–30. [[CrossRef](#)]

37. López-Córdoba, A.; Deladino, L.; Agudelo-Mesa, L.; Martino, M. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage. *J. Food Eng.* **2014**, *124*, 158–165. [[CrossRef](#)]
38. Rattes, A.L.R.; Oliveira, W.P. Spray drying conditions and encapsulating composition effects on formation and properties of sodium diclofenac microparticles. *Powder Technol.* **2007**, *171*, 7–14. [[CrossRef](#)]

**Sample Availability:** Samples of the freeze-dried powders are available from the authors.

**Publisher's Note:** MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



© 2020 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

## 7 BIBLIOGRAFÍA

Abad-García, B., Garmón-Lobato, S., Sánchez-Ilárduya, M. B., Berrueta, L. A., Gallo, B., Vicente, F., & Alonso-Salces, R. M. (2014). Polyphenolic contents in Citrus fruit juices: Authenticity assessment. *European Food Research and Technology*, 238(5), 803–818. <https://doi.org/10.1007/s00217-014-2160-9>

AGRONET. (2020). *Reporte: área, producción y rendimiento nacional por cultivo*.  
Obtenido de [https:// www.agronet.gov.co/estadistica/Paginas/home.aspx?cod=1](https://www.agronet.gov.co/estadistica/Paginas/home.aspx?cod=1)

Agudelo, C. D., Ceballos, N., Gómez-García, A., & Maldonado-Celis, M. E. (2018). Andean Berry (*Vaccinium meridionale* Swartz) Juice improves plasma antioxidant capacity and IL-6 levels in healthy people with dietary risk factors for colorectal cancer. *Journal of Berry Research*, 8(4), 251–261. <https://doi.org/10.3233/JBR-180312>

Ahmed, M., Akter, M. S., Lee, J. C., & Eun, J. B. (2010). Encapsulation by spray drying of bioactive components, physicochemical and morphological properties from purple sweet potato. *LWT - Food Science and Technology*, 43(9), 1307–1312. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.05.014>

Alam, M. N., Bristi, N. J., & Rafiquzzaman, M. (2013). Review on in vivo and in vitro methods evaluation of antioxidant activity. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 21(2), 143–152. <https://doi.org/10.1016/j.jsps.2012.05.002>

Alzate-Arbeláez, A. F., Dorta, E., López-Alarcón, C., Cortés, F. B., & Rojano, B. A. (2019). Immobilization of Andean berry (*Vaccinium meridionale*) polyphenols on nanocellulose isolated from banana residues: A natural food additive with antioxidant properties. *Food Chemistry*, 294(September 2018), 503–517. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.085>

Arango-Varela, S. S., Luzardo-Ocampo, I., Maldonado-Celis, M. E., & Campos-Vega, R. (2020). Andean berry (*Vaccinium meridionale* Swartz) juice in combination with Aspirin modulated anti-inflammatory markers on LPS-stimulated RAW 264.7 macrophages. *Food Research International*, 137(July), 109541. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109541>

Arango-Varela, S. S., Luzardo-Ocampo, I., Reyes-Dieck, C., Yahia, E. M., & Maldonado-Celis, M. E. (2021). Antiproliferative potential of Andean Berry (*Vaccinium meridionale* Swartz) juice in combination with Aspirin in human SW480 colon adenocarcinoma cells. *Journal of Food Biochemistry*, 45(6), 1–16. <https://doi.org/10.1111/jfbc.13760>

- Archaina, D., Vasile, F., Jiménez-Guzmán, J., Alamilla-Beltrán, L., & Schebor, C. (2019). Physical and functional properties of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) extract spray dried with maltodextrin-gum arabic mixtures. *Journal of Food Processing and Preservation*, 43(9), e14065. <https://doi.org/10.1111/jfpp.14065>
- Arocas, A., Varela, P., González-Miret, M. L., Salvador, A., Heredia, F. J., & Fiszman, S. M. (2013). Differences in Colour Gamut Obtained with Three Synthetic Red Food Colourants Compared with Three Natural Ones: pH and Heat Stability. *International Journal of Food Properties*, 16, 766–777.
- Arrazola, G., Herazo, I., & Alvis, A. (2014). Obtención y evaluación de la estabilidad de antocianinas de berenjena (*Solanum melongena* L.) en bebidas. *Informacion Tecnologica*, 25(3), 43–52. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642014000300007>
- Ballesteros, L. F., Ramirez, M. J., Orrego, C. E., Teixeira, J. A., & Mussatto, S. I. (2017). Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chemistry*, 237, 623–631. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.142>
- Barbosa Canovas, G. V., Ortega Rivas, E., Juliano, P., & Yan, H. (2005). Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality. In *Food Engineering Series* (Issue 1). <https://doi.org/10.1007/s13398-014-0173-7.2>
- Bastías-Montes, J. M., Choque-Chávez, M. C., Alarcón-Enos, J., Quevedo-León, R., Muñoz-Fariña, O., & Vidal-San-martín, C. (2019). Effect of spray drying at 150, 160, and 170 °c on the physical and chemical properties of maqui extract (*Aristotelia chilensis* (Molina) Stuntz). *Chilean Journal of Agricultural Research*, 79(1), 144–152. <https://doi.org/10.4067/S0718-58392019000100144>
- Bednarska, M. A., & Janiszewska-Turak, E. (2020). The influence of spray drying parameters and carrier material on the physico-chemical properties and quality of chokeberry juice powder. *Journal of Food Science and Technology*, 57(2), 564–577. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-04088-8>
- Berk, Z. (2018). *Food Process Engineering and Technology* (A. P. is an imprint of Elsevier (ed.); Third edit).
- Bernal, L. J., Melo, L. A., & Díaz Moreno, C. (2014). Evaluation of the Antioxidant Properties and Aromatic Profile During Maturation of The Blackberry (*Rubus glaucus* Benth) and The Bilberry (*Vaccinium meridionale* Swartz). *Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín*, 67(1), 7209–7218. <https://doi.org/10.15446/rfnam.v67n1.42649>
- Bolson Moro, K. I., Beutinger Bender, A. B., Picolli da Silva, L., & Garcia Penna, N. (2021). Green Extraction Methods and Microencapsulation Technologies of Phenolic Compounds From Grape Pomace: A Review. *Food and Bioprocess Technology*, 14(8), 1407–1431. <https://doi.org/10.1007/s11947-021-02665-4>
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. *Lebensm. Wiss. u. Technol*, 28, 25–30. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)

- Caliskan, G., & Dirim, S. N. (2016). The effect of different drying processes and the amounts of maltodextrin addition on the powder properties of sumac extract powders. *Powder Technology*, 287, 308–314. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.10.019>
- Casati, C. B., Baeza, R., & Sánchez, V. (2019). Physicochemical properties and bioactive compounds content in encapsulated freeze-dried powders obtained from blueberry, elderberry, blackcurrant and maqui berry. *Journal of Berry Research*, 9(3), 431–447. <https://doi.org/10.3233/JBR-190409>
- Celis, M., Franco Tobon, Y., Agudelo, C., Arango, S., & Rojano, B. (2017). Andean Berry (*Vaccinium meridionale* Swartz). En E. Yahia (Ed.), *Fruit and Vegetable Phytochemicals: Chemistry and Human Health, 2nd ed* (Vol. 2, págs. 869-882). Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons Ltd.
- Celis, M., Tobón, Y., Agudelo, C., Arango, S., & Rojano, B. (2017). Andean Berry (*Vaccinium meridionale* Swartz). En *Fruit and Vegetable Phytochemicals: Chemistry and Human Health*.
- Celli, G. B., Dibazar, R., Ghanem, A., & Brooks, M. S. L. (2016). Degradation kinetics of anthocyanins in freeze-dried microencapsulates from lowbush blueberries (*Vaccinium angustifolium* Aiton) and prediction of shelf-life. *Drying Technology*, 34(10), 1175–1184. <https://doi.org/10.1080/07373937.2015.1099546>
- Cortés-Morales, E. A., Mendez-Montealvo, G., & Velazquez, G. (2021). Interactions of the molecular assembly of polysaccharide-protein systems as encapsulation materials. A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, xxx, 102398. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102398>
- Espinosa Moncada, J., Marín Echeverri, C., Galvis Pérez, Y., Ciro Gómez, G., Aristizábal, J. C., Blesso, C. N., Fernandez, M. L., & Barona Acevedo, J. (2018). Evaluation of agraz consumption on adipocytokines, inflammation, and oxidative stress markers in women with metabolic syndrome. *Nutrients*, 10(11). <https://doi.org/10.3390/nu10111639>
- Fejzić, A., & Cávar, S. (2014). Phenolic Compounds and Antioxidant Activity of Some Citruses. *Bulletin of the Chemists and Technologists of Bosnia and Herzegovina*, 42(1–4), 2014.
- Fellows, P. J. (2017). Food Processing Technology Principles and Practice. In *Food Processing Technology*. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100522-4.00019-5>
- Fernandes, R. V. D. B., Borges, S. V., & Botrel, D. A. (2014). Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydrate Polymers*, 101(1), 524–532. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.083>
- Ferrari, C. C., Marconi Germer, S. P., Alvim, I. D., & de Aguirre, J. M. (2013). Storage Stability of Spray-Dried Blackberry Powder Produced with Maltodextrin or Gum Arabic. *Drying Technology*, 31(4), 470–478.

<https://doi.org/10.1080/07373937.2012.742103>

- Franceschinis, L., Salvatori, D. M., Sosa, N., & Schebor, C. (2014). Physical and Functional Properties of Blackberry Freeze- and Spray-Dried Powders. *Drying Technology*, 32(2), 197–207. <https://doi.org/10.1080/07373937.2013.814664>
- Franco Tobon, Y. N., Rojano, B. A., Arbeláez Alzate, A. F., Saavedra Morales, D. M., & Celis Maldonado, M. E. (2016). Efecto del tiempo de almacenamiento sobre las características fisicoquímicas, antioxidantes y antiproliferativa de néctar de agraz (*Vaccinium meridionale Swartz*). *Archivos Latinoamericanos de Nutricion*, 66(4), 261–271.
- Fredes, C., Becerra, C., Parada, J., & Robert, P. (2018). The microencapsulation of maqui (*Aristotelia chilensis* (Mol.) Stuntz) juice by spray-drying and freeze-drying produces powders with similar anthocyanin stability and bioaccessibility. *Molecules*, 23(5). <https://doi.org/10.3390/molecules23051227>
- Gallego-Pelaez, E., Torres, D., Gomez, A., Posada, G., & Maldonado-Celis, M.-E. (2021). Consumption of osmo-dehydrated Andean Berry (*Vaccinium meridionale Swartz*) decreases levels of pro-inflammatory biomarkers of overweight and obese adults. *Vitae*, 28(2), 614–618. <https://doi.org/10.17533/udea.vitae.v28n2a343810>
- Gallegos-Infante, J. A., Rocha-Guzmán, N. E., González-Laredo, R. F., Medina-Torres, L., Gomez-Aldapa, C. A., Ochoa-Martínez, L. A., Martínez-Sánchez, C. E., Hernández-Santos, B., & Rodríguez-Ramírez, J. (2013). Physicochemical properties and antioxidant capacity of oak (*Quercus resinosa*) leaf infusions encapsulated by spray-drying. *Food Bioscience*, 2, 31–38. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2013.03.009>
- Garrido Makinistian, F., Sette, P., Gallo, L., Bucalá, V., & Salvatori, D. (2019). Optimized aqueous extracts of maqui (*Aristotelia chilensis*) suitable for powder production. *Journal of Food Science and Technology*, 56(7), 3553–3560. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03840-4>
- Garzón, G. A., Narváez, C. E., Riedl, K. M., & Schwartz, S. J. (2010). Chemical composition, anthocyanins, non-anthocyanin phenolics and antioxidant activity of wild bilberry (*Vaccinium meridionale Swartz*) from Colombia. *Food Chemistry*, 122(4), 980–986. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.03.017>
- Garzón, G. Astrid, Soto, C. Y., López-R, M., Riedl, K. M., Browmiller, C. R., & Howard, L. (2020). Phenolic profile, in vitro antimicrobial activity and antioxidant capacity of *Vaccinium meridionale swartz* pomace. *Heliyon*, 6(5). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03845>
- Garzón, Gloria Astrid. (2012). Colombian bilberry (*Vaccinium Meridionale Swartz*): Chemical composition, antioxidant activity, anthocyanin and non-anthocyanin phenolic composition as compared to other *Vaccinium* species. In *Berries: Properties, Consumption and Nutrition* (pp. 157–167). Nova Science Publishers, Inc.
- Garzón, Gloria Astrid, Medina, J. L., Montana, T. L., Sánchez, M., Novoa, C. F., & Gutiérrez, L. F. (2021). Utilization of *Vaccinium meridionale S.* pomace as an eco-friendly and functional colorant in Greek-style yogurt. *Journal of Food Science*, 86(9), 3896–3908. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.15872>

- Gaviria, C. A., Ochoa, C. I., Sanchez, N. Y., Medina, C. I., Lobo, M., Galeano, P. L., Mosquera, A. J., Tamayo, A., Lopera, Y. E., & Rojano, B. A. (2009). Propiedades antioxidantes de los frutos de agraz o mortiño (*Vaccinium meridionale* Swartz). In G. A. Ligarreto Moreno (Ed.), *Perspectivas del cultivo de agraz o mortiño (Vaccinium meridionale Swartz) en la zona altoandina de Colombia* (pp. 93–112). Universidad Nacional de Colombia. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.3509.8084>
- Gironés-Vilaplana, A., Mena, P., Garcia-Viguera, C., & Moreno-Fernandez, D. A. (2011). A novel beverage rich in antioxidant phenolics: Maqui berry (*Aristotelia chilensis*) and lemon juice. *Quality and Composition of a Novel Beverage Made of Maqui Berry and Lemon Juice, October*.
- Gironés-Vilaplana, A., Mena, P., Moreno, D. A., & García-Viguera, C. (2014). Evaluation of sensorial, phytochemical and biological properties of new isotonic beverages enriched with lemon and berries during shelf life. *Journal of the Science of Food and Agriculture, 94*(6), 1090–1100. <https://doi.org/10.1002/jsfa.6370>
- Gironés-Vilaplana, A., Villaño, D., Moreno, D. A., & García-Viguera, C. (2013). New isotonic drinks with antioxidant and biological capacities from berries (maqui, açai and blackthorn) and lemon juice. *International Journal of Food Sciences and Nutrition, 64*(7), 897–906. <https://doi.org/10.3109/09637486.2013.809406>
- Giusti, M., & Wrolstad, R. (2005). Characterization and Measurement of Anthocyanins by UV-visible Spectroscopy. *Handbook of Food Analytical Chemistry, 2–2*, 19–31. <https://doi.org/10.1002/0471709085.ch18>
- Global Biodiversity Information Facility. (n.d.). *Vaccinium meridionale Sw.* Retrieved May 14, 2020, from <https://www.gbif.org/es/species/4170835>
- González-Ortega, R., Faieta, M., Di Mattia, C. D., Valbonetti, L., & Pittia, P. (2020). Microencapsulation of olive leaf extract by freeze-drying: Effect of carrier composition on process efficiency and technological properties of the powders. *Journal of Food Engineering, 285*. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110089>
- González, M., Samudio, I., Sequeda Castañeda, L. G., Celis, C., Iglesias, J., & Morales, L. (2017). Cytotoxic and antioxidant capacity of extracts from *Vaccinium meridionale* Swartz (Ericaceae) in transformed leukemic cell lines. *Journal of Applied Pharmaceutical Science, 7*(3), 24–30. <https://doi.org/10.7324/JAPS.2017.70305>
- Huang, K., Yuan, Y., & Baojun, X. (2021). A Critical Review on the Microencapsulation of Bioactive Compounds and Their Application. *Food Reviews International*.
- Ibarz, A., & Barbosa Canovas, G. (2005). *OPERACIONES UNITARIAS EN LA INGENIERIA DE ALIMENTOS.pdf*.
- Ibrahim Silva, P., Stringheta, P. C., Teófilo, R. F., & De Oliveira, I. R. N. (2013). Parameter optimization for spray-drying microencapsulation of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) peel extracts using simultaneous analysis of responses. *Journal of Food Engineering, 117*(4), 538–544. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.08.039>
- ICONTEC. (2009). *NTC 3837 BEBIDAS NO ALCOHÓLICAS. BEBIDAS HIDRATANTES*

*PARA LA ACTIVIDAD FÍSICA Y EL DEPORTE* (Issue 3837, pp. 1–8). Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación.

- Jafari, S. M., Mahdavi-Khazaei, K., & Hemmati-Kakhki, A. (2016). Microencapsulation of saffron petal anthocyanins with cress seed gum compared with Arabic gum through freeze drying. *Carbohydrate Polymers*, *140*, 20–25. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.11.079>
- Labuschagne, P. (2018). Impact of wall material physicochemical characteristics on the stability of encapsulated phytochemicals: A review. *Food Research International*, *107*(November 2017), 227–247. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.02.026>
- Lachowicz, S., Michalska-Ciechanowska, A., & Oszmiański, J. (2020). The impact of maltodextrin and inulin on the protection of natural antioxidants in powders made of Saskatoon berry fruit, juice, and pomace as functional food ingredients. *Molecules*, *25*(8), 1–20. <https://doi.org/10.3390/molecules25081805>
- Limanto, A., Simamora, A., Santoso, A. W., & Timotius, K. H. (2019). Antioxidant,  $\alpha$ -Glucosidase Inhibitory Activity and Molecular Docking Study of Gallic Acid, Quercetin and Rutin: A Comparative Study. *Molecular and Cellular Biomedical Sciences*, *3*(2), 67. <https://doi.org/10.21705/mcbs.v3i2.60>
- López-Córdoba, A., Deladino, L., Agudelo-Mesa, L., & Martino, M. (2014). Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage. *Journal of Food Engineering*, *124*, 158–165. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.10.010>
- Lopez Córdoba, A. F., & Goyanes, S. N. (2017). Food Powder Properties. En S. Geoffrey (Ed.), *Reference Module in Food Science* (págs. 1-7). Elsevier. [doi:http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-100596-5-21198-0](http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-100596-5-21198-0)
- Luzardo-Ocampo, I., Ramírez-Jiménez, A. K., Yañez, J., Mojica, L., & Luna-Vital, D. A. (2021). Technological applications of natural colorants in food systems: A review. *Foods*, *10*(3), 1–34. <https://doi.org/10.3390/foods10030634>
- Mahdavee Khazaei, K., Jafari, S. M., Ghorbani, M., & Hemmati Kakhki, A. (2014). Application of maltodextrin and gum Arabic in microencapsulation of saffron petal's anthocyanins and evaluating their storage stability and color. *Carbohydrate Polymers*, *105*(1), 57–62. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.01.042>
- Mahdavi, S. A., Jafari, S. M., Assadpoor, E., & Dehnad, D. (2016). Microencapsulation optimization of natural anthocyanins with maltodextrin, gum Arabic and gelatin. *International Journal of Biological Macromolecules*, *85*(April 2016), 379–385. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.01.011>
- Maldonado-Celis, M. E., Arango-Varela, S. S., & Rojano, B. A. (2014). Free radical scavenging capacity and cytotoxic and antiproliferative effects of *Vaccinium meridionale* Sw. against colon cancer cell lines. *Revista Cubana de Plantas Medicinales*, *19*(2), 172–184.
- Maldonado Celis, M. E., Franco Tobón, Y. N., Agudelo, C., Arango-Varela, S. S., & Rojano, B. A. (2017). Andean Berry (*Vaccinium meridionale* Swartz). In Y. Elhadi M (Ed.), *Fruit and Vegetable Phytochemicals: Chemistry and Human Health: Second*

- Edition* (2nd ed., Vol. 2, pp. 869–882). Wiley Blackwell.  
<https://doi.org/10.1002/9781119158042>
- Mansour, M., Salah, M., & Xu, X. (2020). Effect of microencapsulation using soy protein isolate and gum arabic as wall material on red raspberry anthocyanin stability, characterization, and simulated gastrointestinal conditions. *Ultrasonics Sonochemistry*, 63. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.104927>
- MERCK. (2021). *Sigmaaldrich*. Obtenido de <https://www.sigmaaldrich.com/CO/es>
- Nicoletti Telis, V. R., & Martinez Navarrete, N. (2012). Biopolymers Used as Drying Aids in Spray-Drying and Freeze-Drying of Fruit Juices and Pulps. En V. R. Nicoletti Telis, *Biopolymer Engineering in Food Processing*. NW, USA: CRC Press:Sound Parkway.
- Nogueira, G. F., Fakhouri, F. M., Velasco, J. I., & de Oliveira, R. A. (2019). Active Edible Films Based on Arrowroot Starch with Microparticles of Blackberry Pulp Obtained by Freeze-Drying for Food Packaging. *Polymers*, 11(9), 1382.  
<https://doi.org/10.3390/polym11091382>
- Oyinloye, T. M., & Yoon, W. B. (2020). Effect of Freeze Drying on Quality and Grinding Process of Food Produce A Review. *Processes*, 8(354), 1–23.
- Pieczykolan, E., & Kurek, M. A. (2019). Use of guar gum, gum arabic, pectin, beta-glucan and inulin for microencapsulation of anthocyanins from chokeberry. *International Journal of Biological Macromolecules*, 129, 665–671.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.073>
- Porfírio, M. C. P., Gonçalves, M. S., Borges, M. V., Leite, C. X. D. S., Santos, M. R. C., da SILVA, A. G., Fontan, G. C. R., Leão, D. J., de JESUS, R. M., Gualberto, S. A., Lannes, S. C. da S., & da SILVA, M. V. (2020). Development of isotonic beverage with functional attributes based on extract of myrciaria jaboticaba (Vell) berg. *Food Science and Technology*, 40(3), 614–620. <https://doi.org/10.1590/fst.14319>
- Pudziuelyte, L., Marksa, M., Sosnowska, K., Winnicka, K., Morkuniene, R., & Bernatoniene, J. (2020). Freeze-Drying Technique for Microencapsulation of Elsholtzia ciliata Ethanolic Extract Using Different Coating Materials. *Molecules*, 1–16. <https://www.mdpi.com/1420-3049/25/9/2237>
- Quevedo-Rubiano, S., Aranda-Camacho, Y., Ligarreto-Moreno, G. A., & Magnitskiy, S. (2021). Characterization of the Localized Agri-Food System (SYAL) for the Andean blueberry (*Vaccinium meridionale Swartz*) in the Boyaca Department, Colombia. *Revista Colombiana de Ciencias Hortícolas*, 15(1), 0–2.  
<https://doi.org/10.17584/rcch.2021v15i1.11593>
- Quevedo Rubiano, S. (2020). *Caracterización bajo el enfoque SIAL y análisis de la competitividad sistémica: el caso del agraz de las provincias de Occidente y Ricaurte (Boyacá – Colombia)*. Universidad Nacional de Colombia.
- Quintero Quiroz, J., Galvis Pérez, Y., Galeano Vásquez, S., Marín Echeverri, C., Franco

- Escobar, C., Ciro Gómez, G., Núñez Rangel, V., Aristizábal Rivera, J. C., & Barona Acevedo, J. (2019). Physico-chemical characterization and antioxidant capacity of the colombian berry (*Vaccinium meridionale swartz*) with a high-polyphenol content: Potential effects in people with metabolic syndrome. *Food Science and Technology*, 39(3), 573–582. <https://doi.org/10.1590/fst.32817>
- Rattes, A. L. R., & Oliveira, W. P. (2007). Spray drying conditions and encapsulating composition effects on formation and properties of sodium diclofenac microparticles. *Powder Technology*, 171(1), 7–14. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.09.007>
- Robert, P., Gorena, T., Romero, N., Sepulveda, E., Chavez, J., & Saenz, C. (2010). Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by spray drying. *International Journal of Food Science and Technology*, 45(7), 1386–1394. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02270.x>
- Romero-González, J., Shun Ah-Hen, K., Lemus-Mondaca, R., & Muñoz-Fariña, O. (2020). Total phenolics, anthocyanin profile and antioxidant activity of maqui, *Aristotelia chilensis* (Mol.) Stuntz, berries extract in freeze-dried polysaccharides microcapsules. *Food Chemistry*, 313(August 2019), 126115. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.126115>
- Różyło, R. (2020). Recent trends in methods used to obtain natural food colorants by freeze-drying. *Trends in Food Science and Technology*, 102(March 2019), 39–50. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.06.005>
- Santiago-Adame, R., Medina-Torres, L., Gallegos-Infante, J. A., Calderas, F., González-Laredo, R. F., Rocha-Guzmán, N. E., Ochoa-Martínez, L. A., & Bernad-Bernad, M. J. (2015). Spray drying-microencapsulation of cinnamon infusions (*Cinnamomum zeylanicum*) with maltodextrin. *LWT - Food Science and Technology*, 64(2), 571–577. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.06.020>
- Sarabandi, K., Jafari, S. M., Mahoonak, A. S., & Mohammadi, A. (2019). Application of gum Arabic and maltodextrin for encapsulation of eggplant peel extract as a natural antioxidant and color source. *International Journal of Biological Macromolecules*, 140, 59–68. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.08.133>
- Sarabandi, K., Peighambaroust, S. H., Sadeghi Mahoonak, A. R., & Samaei, S. P. (2018). Effect of different carriers on microstructure and physical characteristics of spray dried apple juice concentrate. *Journal of Food Science and Technology*, 55(8), 3098–3109. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3235-6>
- ScienceDirect. (2021). *ScienceDirect*®. Obtenido de Elsevier's premier platform of peer-reviewed literature: <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/gum-arabic>
- Sharif, N., Khoshnoudi-Nia, S., & Jafari, S. M. (2020). Nano/microencapsulation of anthocyanins; a systematic review and meta-analysis. *Food Research International*, 132. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109077>
- Shishir, M. R. I., & Chen, W. (2017). Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. *Trends in Food Science and Technology*, 65, 49–67. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.05.006>

- Silva, P. I., Stringheta, P. C., Teofilo, R. F., & Nolasco de Oliveira, I. R. (2013). Parameter optimization for spray-drying microencapsulation of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) peel extracts using simultaneous analysis of responses. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 538–544. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.08.039>
- Singleton, V. L., Rossi, J. A., & Jr, J. (1999). Colorimetry of Total Phenolics With Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144–158.
- Song, G.-Q., & Hancock, J. (2011). Vaccinium. En C. Kole (Ed.), *Wild Crop Relatives: Genomic and Breeding Resources* (págs. 197-221). Berlin, Heidelberg, Germany: Springer. doi:ISBN 978-3-642-16057-8
- Stasiuk, E., & Przybyłowski, P. (2017). Osmolality of isotonic drinks in the aspect of their authenticity. *Polish Journal of Natural Sciences*, 32(1), 161–168.
- Stoll, L., Silva, A. M. da, Iahnke, A. O. e. S., Costa, T. M. H., Flôres, S. H., & Rios, A. de O. (2017). Active biodegradable film with encapsulated anthocyanins: Effect on the quality attributes of extra-virgin olive oil during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(6), 1–9. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13218>
- Styburski, D., Dec, K., Baranowska-Bosiacka, I., Goschorska, M., Hołowko, J., Żwieręto, W., Skórka-Majewicz, M., Janda, K., Rosengardt, A., & Gutowska, I. (2020). Can Functional Beverages Serve as a Substantial Source of Macroelements and Microelements in Human Nutrition?—Analysis of Selected Minerals in Energy and Isotonic Drinks. *Biological Trace Element Research*, 197(1), 341–348. <https://doi.org/10.1007/s12011-019-01973-3>
- Tao, Y., Wang, P., Wang, J., Wu, Y., Han, Y., & Zhou, J. (2017). Combining various wall materials for encapsulation of blueberry anthocyanin extracts: Optimization by artificial neural network and genetic algorithm and a comprehensive analysis of anthocyanin powder properties. *Powder Technology*, 311, 77–87. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.01.078>
- Tapia, M. S., Alzamora, S. M., & Chirife, J. (2020). Effects of Water Activity (aw) on Microbial Stability as a Hurdle in Food Preservation. In G. Barbosa-Canovas, A. J. Fontana Jr, S. J. Schmidt, & T. P. Labuza (Eds.), *Water Activity in Foods* (pp. 323–355). <https://doi.org/10.1002/9781118765982.ch14>
- Tkacz, K., Wojdyło, A., Michalska-Ciechanowska, A., Turkiewicz, I. P., Lech, K., & Nowicka, P. (2020). Influence Carrier Agents, Drying Methods, Storage Time on Physico-Chemical Properties and Bioactive Potential of Encapsulated Sea Buckthorn Juice Powders. *Molecules*, 25(17). <https://doi.org/10.3390/molecules25173801>
- Tomczyk, M., Zaguła, G., & Dżugan, M. (2020). A simple method of enrichment of honey powder with phytochemicals and its potential application in isotonic drink industry. *Lwt*, 125(September 2019). <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109204>
- Turasan, H., Sahin, S., & Sumnu, G. (2015). Encapsulation of rosemary essential oil. *LWT - Food Science and Technology*, 64(1), 112–119. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.05.036>

- United States Pharmacopeia - National Formulary. (2007). USP 30-NF 25. Rockville, MD, USA.
- Vieira da Silva, B., Barreira, J. C. M., & Oliveira, M. B. P. P. (2016). Natural phytochemicals and probiotics as bioactive ingredients for functional foods: Extraction, biochemistry and protected-delivery technologies. *Trends in Food Science and Technology*, 50, 144–158. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.12.007>
- Wallace, T. C., & Giusti, M. M. (2011). Selective Removal of the Violet Color Produced by Anthocyanins in Procyanidin-Rich Unfermented Cocoa Extracts. *Journal of Food Science*, 76(7). <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2011.02322.x>
- Wandrey, C., Bartkowiak, A., & Harding, S. E. (2010). Materials for encapsulation. In *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing* (pp. 31–100). [https://doi.org/10.1007/978-1-4419-1008-0\\_3](https://doi.org/10.1007/978-1-4419-1008-0_3)
- Wilkowska, A., Ambroziak, W., Czynowska, A., & Adamiec, J. (2016). Effect of Microencapsulation by Spray-Drying and Freeze-Drying Technique on the Antioxidant Properties of Blueberry (*Vaccinium myrtillus*) Juice Polyphenolic Compounds. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 66(1), 11–16. <https://doi.org/10.1515/pjfn-2015-0015>
- Wu, G., Hui, X., Stipkovits, L., Rachman, A., Tu, J., Brennan, M. A., & Brennan, C. S. (2021). Whey protein-blackcurrant concentrate particles obtained by spray-drying and freeze-drying for delivering structural and health benefits of cookies. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 68(January), 102606. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2021.102606>
- Xue, J., Su, F., Meng, Y., & Guo, Y. (2019). Enhanced stability of red-fleshed apple anthocyanins by copigmentation and encapsulation. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99(7), 3381–3390. <https://doi.org/10.1002/jsfa.9555>
- Yu, Y., & Lv, Y. (2019). Degradation kinetic of anthocyanins from rose (*Rosa rugosa*) as prepared by microencapsulation in freeze-drying and spray-drying. *International Journal of Food Properties*, 22(1), 2009–2021. <https://doi.org/10.1080/10942912.2019.1701011>
- Zapata, I. C., Sepúlveda Valencia, U., & Rojano, B. A. (2015). Efecto del tiempo de almacenamiento sobre las propiedades fisicoquímicas, probióticas y antioxidantes de yogurt saborizado con Mortiño (*Vaccinium meridionale Sw*). *Informacion Tecnologica*, 26(2), 17–28. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642015000200004>