



UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE CIENCIA E INGENIERÍA EN ALIMENTOS
CARRERA DE INGENIERÍA BIOQUÍMICA



Proyecto de Trabajo de Titulación, modalidad de Proyecto de Investigación, previa la obtención del Título de Ingeniera Bioquímica, otorgado por la Universidad Técnica de Ambato, a través de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos.

“Microencapsulación del Ácido Ascórbico mediante Secado por Aspersión con Almidón y Maltodextrina”

Autora: María Jose Tapia Poveda

Tutor: Ph.D. Orestes Darío López Hernández

Ambato – Ecuador

2017

APROBACIÓN DEL TUTOR

PhD. Orestes Darío López Hernández.

CERTIFICA:

Que el presente trabajo de titulación ha sido prolijamente revisado. Por lo tanto, autorizo la presentación de este Trabajo de Titulación modalidad Proyecto de Investigación, el mismo que responde a las normas establecidas en el Reglamento de Títulos y Grados de la Facultad

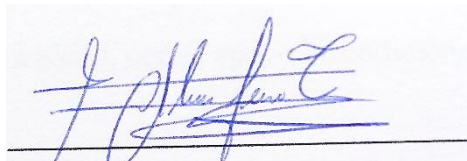
Ambato, 15 de enero del 2017



Ph.D. Orestes Darío López Hernández.
C.I. 1754784864
TUTOR

Declaración de Autenticidad

Yo, María Jose Tapia Poveda, manifiesto que los resultados obtenidos en el presente Proyecto de Investigación, previo la obtención del título de Ingeniera Bioquímica son absolutamente originales, auténticos y personales; a excepción de las citas



María Jose Tapia Poveda
CI: 180263255-2

AUTORA

APROBACIÓN DE LOS MIEMBROS DE TRIBUNAL DE GRADO

Los suscritos Calificadores, aprueban el presente Trabajo de Titulación modalidad Proyecto de Investigación, el mismo que ha sido elaborado de conformidad con las disposiciones emitidas por la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos de la Universidad Técnica de Ambato.

Para constancia firman:



Presidente del Tribunal



Ph.D Dayana Cristina Morales
Acosta

C.I. 180413557-0



Ph.D Freddy Geovanny Del
Pozo León

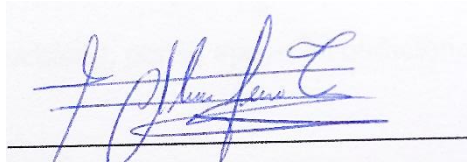
C.I. 180244627-6

Ambato, 16 de enero del 2017

DERECHOS DE AUTOR

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que haga de este Proyecto de Investigación o parte de él, un documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la institución.

Cedo los Derechos en línea patrimoniales de mi Proyecto, con fines de difusión pública, además apruebo la reducción de este Proyecto dentro de las regulaciones de la Universidad, siempre y cuando esta reducción no suponga una ganancia económica y se realice respetando mis derechos de autor.



María Jose Tapia Poveda

CI: 180263255-2

AUTORA

DEDICATORIA

Dedico este trabajo principalmente a Dios, por haberme dado la vida y permitirme el haber llegado hasta este momento tan importante de mi formación profesional. Por los triunfos y los momentos difíciles que me han enseñado a valorarlo cada día más. Y en general agradezco a toda mi familia por brindarme su apoyo incondicional y por compartir conmigo buenos y malos momentos.

Especialmente en memoria de mi abuelita y madre Viky por ser el pilar más importante y por demostrarme siempre su cariño y apoyo. Siempre te llevare en mi corazón.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar agradezco a ese ser supremo que es mi padre celestial, el cual me ha mantenido de pie para poder cumplir esta meta.

Dedicado especialmente a mi madre y abuela a la vez, Victoria Villamar (Viky), gracias por todas tus enseñanzas, por amarme como hija y gracias por enseñarme el valor más grande que es el amor, siempre te tendré en mi corazón y en mi mente y serás mi pilar fundamental en cada una de mis metas. A mi segunda madre, gran amiga y alma gemela, Mary Poveda (Machis), porque sus consejos y confianza me han llevado con éxito y alegría a cumplir cada una de mis metas.

A mis ñaños: Jaimito, y Math quienes con sus ocurrencias me han alegrado cada uno de mis días. A mis ñañas: Michu, Caro y Andre, gracias por su apoyo incondicional y su gran amor. Toda la vida viviré agradecida.

A Juan Carlos Córdova, gracias por el apoyo incondicional en el transcurso de mi carrera universitaria, por compartir momentos de alegría, tristeza y demostrarme que siempre podré contar contigo.

A mis tías Mary y Taty (cuchitas), por su apoyo incondicional y por demostrarme la gran fe que tienen en mí.

A mis amigos, Diana, Andresito, Alex, Lore, Chyo por estar en aquellos buenos y malos momentos. Gracias por todas las aventuras vividas durante la época de la universidad y por demostrarme que puedo contar en ustedes en cualquier momento.

Al Doctor Orestes Hernández, tutor de tesis, por su valiosa guía y asesoramiento a la realización de la misma.

De manera especial a la Doctora Dayana Morales e Ingeniera Cecilia Carpio porque gracias a sus aportaciones hicieron posible este proyecto y por la gran calidad humana que me han demostrado con su amistad

ÍNDICE GENERAL DE CONTENIDOS

PÁGINAS PRELIMINARES

Portada.....	I
Aprobación por el tutor.....	II
Declaración de autenticidad.....	III
Aprobación de los miembros del tribunal de grado.....	IV
Derechos de Autor.....	V
Dedicatoria.....	VI
Agradecimiento.....	VII
Resumen.....	XIII
Abstract.....	XIV
Introducción.....	1

CAPÍTULO I

EL PROBLEMA

1.1. Tema de investigación.....	3
1.2. Justificación.....	3
1.3. Objetivos.....	5
1.3.1. Objetivo General.....	5
1.3.2. Objetivos Específicos.....	5

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes investigativos.....	6
2.2. Señalamiento de variables de la hipótesis.....	14
2.2.1. Variables independientes:.....	14
2.2.2. Variables dependientes:.....	14

CAPÍTULO III

MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 MATERIALES.....	15
3.1.1 Materiales.....	15
3.1.2 Reactivos.....	15
3.1.3 Equipos.....	15
3.2 MÉTODOS.....	16
3.2.1 Estudio preliminar de microencapsulación de ácido ascórbico.....	16
3.2.2 Diseño Experimental.....	17
3.2.3 Microencapsulación de ácido ascórbico.....	17
3.2.4 Determinación del rendimiento de microencapsulación.....	18
3.2.5 Determinación del contenido de humedad de las microesferas.....	18
3.2.6 Caracterización morfológica de las microesferas.....	18
3.2.6.1 Morfología de las microesferas mediante Microscopía Electronica de Barrido (SEM).....	18
3.2.7 Determinación cualitativa de la eficiencia de microencapsulación.....	19
3.2.7.1 Análisis Térmico: Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	19
3.2.7.2 Difractometría de Rayos X.....	19
3.2.8 Contenido de ácido ascórbico.....	19
3.2.9 Determinación de la eficiencia de microencapsulación de ácido ascórbico.....	20

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1.1 Resultados de ensayo preliminar de microencapsulación de ácido ascórbico...	21
4.1.2 Microencapsulación de ácido ascórbico.....	24
4.1.3 Caracterización de microesferas.....	25
4.1.3.1 Análisis de humedad de las microesferas en función del tiempo	25
4.1.3.2 Análisis morfológico: Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	25
4.1.3.3 Análisis Térmico: Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	27
4.1.3 Difractometría de Rayos X (DRX).....	30
4.1.4 Contenido de ácido ascórbico por método reflectométrico.....	32
4.1.2 Verificación de hipótesis	32

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones.....	33
5.2. Recomendaciones	35
Referencias Bibliográficas	36
ANEXOS	38

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Descripción de materiales de pared e ingrediente activo	17
Tabla 2. Rendimientos de microencapsulación de ácido ascórbico mediante secado por aspersión	21
Tabla 3. Resultados de rendimientos microencapsulación de ácido ascórbico.....	24
Tabla 4. Humedad de las microesferas	25

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura de las microesferas	10
Figura 2. Difractometría de Rayos X: Microencapsulado de ácido acórbico con maltodextrina/almidón soluble	23
Figura 3. Difractogramas de rayos X: Microencapsulado de ácido ascórbico con maltodextrina/almidón de arroz	23
Figura 4. Micrografías de microesferas..	26
Figura 5. Micrografías distribución de tamaño de partículas de microesferas	27
Figura 6. Termograma de ácido ascórbico puro.....	28
Figura 7. Termograma de almidón soluble	28
Figura 8. Termograma de maltodextrina	29
Figura 9. Termograma de microencapsulado de ácido ascórbico	29
Figura 10. Difractometría de Rayos X de ácido ascórbico puro	30
Figura 11. Difractometría de Rayos X de almidón soluble	31
Figura 12. Difractometría de Rayos X de maltodextrina	31
Figura 13. Difractometría de Rayos X de microencapsulado de ácido ascórbico	32

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue la microencapsulación del ácido ascórbico mediante secado por aspersión para brindarle una protección frente a ciertos factores químicos y físicos, evitando así su fácil degradación. Para ello se realizó un análisis preliminar para determinar la mezcla polimérica más eficiente; preparando mezclas de los polímeros maltodextrina/almidón soluble y maltodextrina/almidón de arroz empleando una relación de 1:1, con carga del 20% del ingrediente activo. Eligiendo esta última mezcla como la más óptima para el proceso de microencapsulación, debido a que se obtuvo un rendimiento alto con un valor de $83.41 \pm 0.56 \%$.

Posteriormente, se aplicó un diseño de mezcla obteniéndose como mejor carga de ácido ascórbico un 40%, mientras que la relación más óptima de almidón soluble y maltodextrina resultó ser 1:2. Obteniéndose los valores más altos tanto en rendimiento como en eficiencia, $83.41 \pm 0.56 \%$ y $93.51 \pm 0.80 \%$ respectivamente. El producto fue analizado cualitativamente mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Difractometría de Rayos X (DRX), presenciándose una disminución en los picos de fusión y en los máximos de difracción. Además, se caracterizó morfológicamente mediante la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), observándose micropartículas esféricas e irregulares, resultados obtenidos a las 0 semanas de microencapsulación, mientras que a las 28 semanas de almacenamiento las microesferas en su mayoría se presentan encogidas y aglomeradas, pero sin perder su esfericidad. Finalmente se obtuvo un tamaño de partícula promedio de $8.12 \pm 3.92 \mu\text{m}$.

Palabras clave: Ácido ascórbico, microencapsulación, secado por aspersión, almidón.

ABSTRACT

The objective of this work was the microencapsulation of ascorbic acid by spray drying to provide protection against certain chemical and physical factors, thus avoiding its easy degradation. For this purpose a preliminary analysis was carried out to determine the most efficient polymer mixture; Preparing mixtures of the maltodextrin / soluble starch polymers and maltodextrin / rice starch using a ratio of 1: 1, with a 20% loading of the active ingredient. Choosing this last mixture as the most optimal for the microencapsulation process, because a high yield was obtained with a value of $83.41 \pm 0.56\%$.

Subsequently, a blend design was applied obtaining as a better ascorbic acid loading of 40%, while the most optimal ratio of soluble starch and maltodextrin was found to be 1: 2. The highest values were obtained in both yield and efficiency, $83.41 \pm 0.56\%$ and $93.51 \pm 0.80\%$, respectively. The product was qualitatively analyzed by Differential Scanning Calorimetry (DSC) and X-ray Diffractometry (XRD), with a decrease in the melting peaks and the diffraction maxima. In addition, it was morphologically characterized by the Scanning Electron Microscopy (SEM) technique, observing spherical and irregular microparticles, results obtained at weeks 0 weeks of microencapsulation, whereas at 28 weeks of storage the microspheres were mostly shrunk and agglomerated, But without losing its sphericity. Finally, an average particle size of $8.12 \pm 3.92 \mu\text{m}$ was obtained.

Key words: Ascorbic acid, microencapsulation, spray drying, starch.

INTRODUCCIÓN

La Vitamina C, también conocida como ácido ascórbico (AA), es una vitamina soluble en agua. A diferencia de la mayoría de los mamíferos y otros animales, los seres humanos no tienen la capacidad de sintetizar ésta vitamina y por lo tanto la debe obtener a través de la dieta. Dado que AA tiene una estabilidad limitada y puede perderse de los alimentos durante el almacenamiento, la preparación y la cocción, los productos farmacéuticos de AA pueden utilizarse como fuente suplementaria en la dieta humana **(Mohamed, 1981)**.

El ácido ascórbico es un ingrediente/aditivo comúnmente utilizado en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética por sus numerosas propiedades **(Ferrándiz, Capablanca, Franco, & Mira, 2016; Finotelli & Rocha-leño, 2005)**. La vitamina C tiene potencial dentro de la industria alimenticia debido a que puede ser utilizado como suplemento vitamínico o a su vez como un poderoso antioxidante, brindando de este modo una alta calidad nutricional en los alimentos. Sin embargo su inestabilidad es un problema, ya que su vida de anaquel depende de factores químicos y físicos, tales como temperaturas elevadas, humedad, oxígeno, pH, y luz.

La microencapsulación es la tecnología más utilizada para estabilizar ingredientes activos sensibles al medioambiente como el AA. Esta técnica se basa en cubrirlos con una capa de recubrimiento, o incrustarlos en una matriz homogénea o heterogénea. De esta manera, el ingrediente activo se aísla de factores externos y su reactividad con otros ingredientes se reduce. La producción de microcápsulas se puede obtener por diferentes técnicas, siendo el secado por aspersión un proceso económico, flexible, continuo y fácilmente disponible, técnica que produce microcápsulas solubles en agua de tamaño pequeño y de alta calidad **(Finotelli & Rocha-leño, 2005; Palma, 2012)**.

La elección del material de pared es importante para la eficiencia de encapsulación y la estabilidad de la microcápsula. Estos encapsulantes deben proporcionar buenas propiedades físicas como solubilidad, cristalinidad, peso molecular, transición vítrea, propiedades emulsionantes y ser un buen formador de película para brindar protección al ingrediente activo frente a la oxidación **(Palma, 2012)**. Entre los encapsulantes más

adecuados para la tecnología de secado por aspersión se encuentran: carbohidratos complejos, incluyendo almidones, maltodextrinas; gomas (arábica, alginato de sodio, carragenina); lípidos (ceras, parafinas, grasas) y proteínas (gelatina, proteína de soya, caseinatos, suero de leche, gluten, caseína) (**A. García & López, 2012; Wijaya, Small, & Bui, 2011**).

El almidón tiene potencial para ser aplicado en la microencapsulación, debido a que es un polímero versátil y útil no solo por tratarse de un material natural y barato, sino por la facilidad con la que se pueden alterar sus propiedades fisicoquímicas a través de la modificación física, química o enzimática (**Palma, 2012**).

CAPÍTULO I

EL PROBLEMA

1.1. Tema

“Microencapsulación del Ácido Ascórbico mediante Secado por Aspersión con almidón y maltodextrina”

1.2. Justificación

Tanto vitaminas liposolubles como hidrosolubles y como representante de estas últimas, el ácido ascórbico pueden ser microencapsuladas utilizando diversas tecnologías. La razón más común para microencapsular estas sustancias es extender la vida útil, mediante la protección contra la oxidación o mediante la prevención de reacciones con otros componentes (**Tandale, 2003**).

El ácido ascórbico (vitamina C) es altamente sensible a factores externos; siendo la oxidación una de las causas principales de su degradación, ya que modifica su estructura activa (**Velazco & Vega, 2003**). Por tal motivo la presente investigación se enfoca en la microencapsulación de este ingrediente activo en una matriz polimérica con el objetivo de conservar sus propiedades al protegerlo de la reacción con otros compuestos y/o para evitar que sufran reacciones de oxidación debido a la luz o al oxígeno (**Nizori, 2013**).

El secado por aspersión es un proceso comúnmente utilizado para microencapsular ingredientes activos como la vitamina C, ya que es económico y flexible, además utiliza un equipo fácilmente disponible y proporciona una eficiencia entre el 96 y 100%, valores superiores en comparación con otros métodos (**Finotelli & Rocha-leño, 2005; López Hernández, 2010**).

Entre los polímeros más utilizados como material de pared en la microencapsulación se encuentran los carbohidratos tales como maltodextrinas, almidones y gomas. Su potencial se debe al bajo costo y a la facilidad con que pueden ser modificadas sus propiedades fisicoquímicas (**Parra, 2011**).

1.3. Objetivos

1.3.1. General

- Microencapsular Ácido Ascórbico empleando una mezcla de almidón y maltodextrina.

1.3.2. Específicos

- Evaluar comparativamente la eficiencia de la microencapsulación de dos diferentes mezclas: almidón soluble de papa-maltodextrina; y; almidón de arroz-maltodextrina.
- Determinar el mejor rendimiento de microencapsulación utilizando cargas de ácido ascórbico al 20%, 40% y 60% en una mezcla de maltodextrina/almidón soluble de papa.
- Caracterizar el producto obtenido del proceso de microencapsulación mediante métodos cualitativos y cuantitativos.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes investigativos

2.1.1 Materiales microencapsulados

Se han microencapsulado diferentes ingredientes activos para protegerlos, modificando así sus propiedades, como por ejemplo aquellos ingredientes sensibles a la luz, humedad, calor u oxidación, presentando una mayor estabilidad. Algunos agentes que han sido microencapsulados son: aromatizantes, grasas y aceites, vitaminas y minerales, microorganismos y enzimas, así como edulcorantes y colorantes.

2.1.1.1 Vitaminas

Vitaminas hidrosolubles (vitaminas B y C) como liposolubles (vitamina A, D, E, y K), se han microencapsulado utilizando diferentes técnicas de encapsulación. Uno de los motivos principales de microencapsular estos ingredientes es para prolongar la vida de anaquel, mediante la protección contra la oxidación o impidiendo que reaccionen con otros componentes alimenticios (**Palma, 2012**).

La tecnología de secado por aspersión es un método comúnmente utilizado en la encapsulación de vitaminas, el cual proporciona una estrategia potencial para mejorar la conservación de componentes alimenticios sensibles y caros, incluyendo al AA contra condiciones adversas (**Desai & Park, 2005; Wilson & Shah, 2007**). Hay que tomar en cuenta que para la eficiencia de la microencapsulación y la estabilidad de las microcápsulas contra la oxidación, el tipo de material de pared influye de manera significativa (**Palma, 2012**).

Palma-Rodriguez et al., (2013) mostraron que las microcápsulas de almidón de papa y arroz modificado presentan el mayor porcentaje de retención de ácido ascórbico inmediatamente después del secado por pulverización, y mostraron la mayor estabilidad de ácido ascórbico durante las 4 semanas de almacenamiento. **Desai & Park, (2005)**, estudiaron encapsulación de vitamina C en microesferas de quitosano entrecruzado con tripolifosfato mediante secado por aspersión, obteniendo una eficiencia de encapsulación de 58.30%.

Además se han utilizado otros métodos para microencapsular ácido ascórbico, **Okuro, Eustáquio de Matos, & Favaro-Trindade, (2013)** estudiaron el ácido ascórbico microencapsulado mediante enfriamiento por aspersión usando grasa interesterificada y aceite de palma como vehículo. Los resultados mostraron que la estabilidad del ácido ascórbico era sustancialmente más alta en comparación con el ácido ascórbico sin microencapsular. Al medir el color, observaron un cambio de color significativo en el ácido ascórbico libre almacenado a 22 y 37 ° C. Este efecto se asoció con el desarrollo de compuestos resultantes de la degradación del ácido ascórbico. Por el contrario, el cambio de color observado en el ácido ascórbico encapsulado almacenado bajo condiciones similares fue considerablemente menor, confirmando de este modo que el enfriamiento por aspersión es una alternativa útil para mejorar la estabilidad química de este compuesto.

2.1.1.2 Vitamina C

La vitamina C o ácido ascórbico, es una vitamina hidrosoluble esencial, que tiene diversas funciones como ingrediente alimentario como aditivo, debido a sus propiedades reductoras y antioxidantes. Por ejemplo, actúa como cofactor en la formación de colágeno, desempeña un papel importante en la reducción del estrés físico, ejerce una influencia significativa sobre el sistema inmunológico, protege ciertos compuestos oxidables así como la reducción de iones metálicos. También actúa como un donante de hidrógeno y se cree que ayuda en la lucha contra el cáncer reduciendo los radicales libres dañinos. En el intestino ayuda a mejorar la absorción de hierro (**Palma, 2012; Wijaya et al., 2011; Wilson & Shah, 2007**).

Al ser un micro nutriente esencial en el organismo, el AA es un aditivo a diferentes tipos de alimentos, con el objetivo de reforzar la ingesta alimentaria y porque además funciona como antioxidante. Afectan su estabilidad, una serie de factores químicos y físicos como el pH, la concentración de oxígeno, la temperatura y la exposición a la luz. El AA es altamente susceptible a la oxidación, especialmente en presencia de iones metálicos (**Finotelli & Rocha-leão, 2005; Tandale, 2003**). Es por ello, que se han realizado diferentes estudios para microencapsular este componente, con la finalidad de hallar las condiciones y materiales de pared adecuadas para mantener su estabilidad. Estudios han demostrado que el AA encapsulado se puede añadir con éxito a la leche, en cantidades de 100 o 250 mg / L, y esto contribuye a una mayor absorción de hierro cuando estos productos también han sido fortificados con hierro (**Wijaya et al., 2011**).

Nizori, Bui, & Small, (2012) evaluaron el desarrollo y la aplicación de la microencapsulación para una mayor retención de ácido ascórbico durante la fortificación de los alimentos. Reportando el potencial de la microencapsulación mediante secado por aspersion como medio para aumentar la retención de AA. La retención de vitamina, el contenido de humedad, la actividad del agua y el rendimiento del proceso fueron influenciados positivamente por el aumento de la temperatura del aire de entrada y

negativamente a medida que disminuyó el caudal de alimentación. También se observó que la alta retención de AA se logró utilizando almidón de arroz, ácido algínico y pectina de bajo metoxilo como materiales de pared.

El polímero alginato de sodio se ha utilizado como material de pared del ácido ascórbico, reportándose una eficiencia de encapsulación del 93,48% y después de 30 días fue del 92,55%. Las diferencias no fueron significativas, por lo que la estabilidad del ácido L-ascórbico no se vio afectada (**Ferrándiz et al., 2016**).

Por otra parte, se ha reportado que mediante el uso de la técnica de secado por aspersión utilizando maltodextrina, Capsul (almidón de maíz modificado) en una relación 1:1 con un 20% de ácido ascórbico es recomendable para su incorporación en algunos alimentos como cereales, pan, galletas, etc. Se observó que presenta mayor estabilidad y morfología las microcápsulas a 28 °C de almacenamiento y presentando un rendimiento del 52% (**Finotelli & Rocha-leão, 2005**).

Se ha demostrado que la proteína de suero de leche tiene alto potencial como material de pared para la microencapsulación de la vitamina C. Presentando una eficiencia del 93.35% en una relación de 1:4 (vitamina C, proteína de suero de leche) mediante secado por aspersión (**Tandale, 2003**).

2.1.2 Microencapsulación

La microencapsulación es una tecnología mediante la cual, materiales (sólidos, líquidos o gaseosos) están rodeadas por un recubrimiento, o incrustadas en una matriz homogénea o heterogénea, que puede liberar su contenido a velocidades controladas bajo condiciones específicas. En la actualidad la microencapsulación se ha convertido en un proceso atractivo en diferentes industrias, como la alimentaria, farmacéutica, cosmética, química y agroquímica. Los ingredientes alimentarios biológicamente activos están encapsulados

por diversas razones, incluida la protección contra la degradación durante el almacenamiento, la protección contra interacciones indeseables con otros componentes de los alimentos, la minimización de las interacciones de sabor o las reacciones de deterioro inducidas por la luz, temperatura, pH, entre otros. Una ventaja importante es la liberación controlada y la protección contra las condiciones atmosféricas (Desai & Park, 2005; Nizori et al., 2012; Palma, 2012).

La microencapsulación ofrece numerosas ventajas: a) formar una barrera física entre la fase interna y factores ambientales, con la finalidad de proteger el ingrediente microencapsulado de la oxidación, pH, calor, humedad y luz, b) modificar las características físicas del material original, c) los componentes se pueden liberar de forma controlada por disolución, difusión, disociación, d) Enmascaramiento de las propiedades no deseadas del componente activo, por ejemplo, sabor u olor (A. García & López, 2012).

2.1.3 Estructura de las microesferas

Las microesferas presentan forma esférica, las cuales pueden tener estructura de tipo matricial o capsular. Para el primer caso, el componente activo se encuentra disperso en forma de partículas diminutas o de moléculas, en el material encapsulante. En el segundo caso, el componente activo se encuentra atrapado por una fina película del material de pared. La estructura de las microesferas va a depender de las propiedades fisicoquímicas del componente activo y del material de pared, así como del proceso tecnológico elegido (Lopretti, M; Barreiro, F; Fernandes, I; Damboriarena, A; Ottati, C; Olivera, 2007).

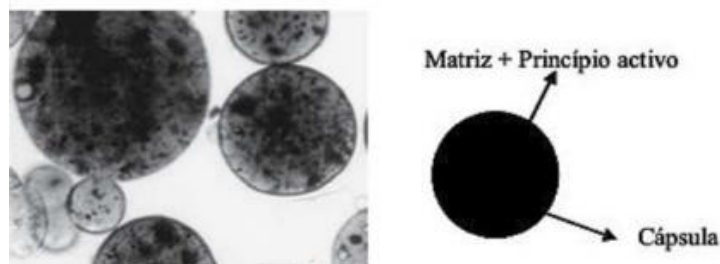


Figura 1: Estructura de microesferas. (Lopretti, M; Barreiro, F; Fernandes, I; Damboriarena, A; Ottati, C; Olivera, 2007)

2.1.4 Método de encapsulación

Existen numerosos métodos de microencapsulación. Estos métodos están basados en procesos físicos y físico-químicos (**Pérez-leonard, Bueno-garcía, & Brizuela-herrada, 2013**).

- **Procesos Físicos:** Secado por aspersión (spray drying), secado congelamiento/enfriamiento, liofilización y extrusión.
- **Procesos Físico-químicos:** coacervación, co-cristalización, gelificación iónica, inclusión molecular y atrapamiento en liposomas.

La elección del método de microencapsulación depende de la naturaleza del material polímero. Por lo tanto, se puede elegir una combinación apropiada de materiales y métodos para producir productos microencapsulados con una amplia variedad de características morfológicas y de composición (**Dubey, Shami, & Bhasker Rao, 2009**).

En comparación con otros métodos, el secado por aspersión proporciona una eficiencia de encapsulación relativamente alta. La mayor eficiencia de encapsulación que se alcanza con el secado por aspersión, se encuentra entre 96 y 100%, valores superiores en comparación con otros métodos. Además las ventajas de este proceso son la disponibilidad de equipos, costo bajo, buena estabilidad del producto final y producción a gran escala en modo continuo (**Villacrez, 2013**).

2.1.4.1 Secado por aspersión

El secado por aspersión es uno de los procesos más utilizados para encapsular agentes activos; este proceso es capaz de transformar una disolución, una emulsión, una suspensión o una dispersión líquida en un producto seco y estable, en el cual la fase interna

es rodeada por una pared protectora formada por el material polímero. Es un proceso económico y flexible, además de producir partículas de buena calidad (**Herrera, 2008**).

Mediante este método la solución, dispersión o suspensión de alimentación se atomiza, mediante una corriente de aire caliente en una cámara de secado. El agua se evapora instantáneamente, permitiendo que la fase interna presente en la solución, quede atrapada dentro una película de material polimérico, obteniendo un polvo seco que descienden para luego ser recolectado (**Arana & Quijano, 2012**).

2.1.5 Materiales Encapsulantes

La selección del biopolímero encapsulante depende de las propiedades fisicoquímicas, como solubilidad, peso molecular, transición vítrea; cristalinidad; formación de película y las propiedades emulsionantes. Además la técnica de encapsulación que se aplique y el propósito para el cual están previstas las microcápsulas (**García, 2013**).

Entre los biopolímeros utilizados frecuentemente como material de pared se encuentra el almidón. Este carbohidrato es una buena alternativa para ser aplicado en la microencapsulación, debido a su bajo costo, es natural, biodegradable, tiende a complementar a los sabores, y entre sus propiedades funcionales presenta baja viscosidad, alta solubilidad deseable en un agente encapsulante. Los almidones son utilizados para retener compuestos volátiles (**Dubey et al., 2009; López Hernández, 2010; Nizori et al., 2012**).

Las maltodextrinas, se obtienen mediante la hidrólisis parcial de la harina de maíz con ácidos o enzimas. Como agente encapsulante la maltodextrina es una opción viable ya que tiene una buena relación entre costo y eficacia, una baja viscosidad, sabor suave además de que se encuentra disponible en varios pesos moleculares, sus principales deficiencias radican en la dificultad que presenta para formar la emulsión y la baja retención de

compuestos aromáticos, sin embargo presenta la capacidad de formación de película brindándole al ingrediente activo protección contra la oxidación (**Finotelli & Rocha-leño, 2005; Nizori et al., 2012; Palma, 2012**).

Hipótesis

2.1.1. Hipótesis nula

La carga de ácido ascórbico no altera el rendimiento de la microencapsulación mediante secado por aspersión.

2.1.2. Hipótesis alternativa

La carga de ácido ascórbico altera el rendimiento de la microencapsulación mediante secado por aspersión.

2.2. Señalamiento de variables de la hipótesis

2.2.1. Variables independientes:

- Polímeros almidón soluble y maltodextrina
- Carga de ingrediente activo al (20, 40 y 60 %)

2.2.2. Variables dependientes:

- Rendimiento de la microencapsulación del ácido ascórbico
- Eficiencia de la microencapsulación del ácido ascórbico

CAPÍTULO III

MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 MATERIALES Y METODOS

Los análisis de la presente investigación se realizaron en la unidad de investigación, en el laboratorio de análisis de los alimentos y físico-química de la FCIAL de la Universidad Técnica de Ambato, y en el Laboratorio de Biotecnología, Facultad de Ciencias Exactas, Escuela Superior Politécnica del Ejército (Quito).

3.1.1 Materiales

Para el desarrollo de las microesferas se utilizó como ingrediente activo ácido ascórbico, (Top Trading, Ecuador); como materiales de pared almidón soluble: almidón soluble de papa (Panreac Química S.A U, España), almidón de arroz (Merck, Alemania) y maltodextrina DE 10 (Meelunie Amsterdam, Holanda).

3.1.2 Reactivos

- ✓ Fosfato diácido de sodio monohidratado ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Fosfato dibásico de sodio (Na_2HPO_4)
- ✓ Oxalato de sodio

3.1.3 Equipos

- ✓ Balanza Analítica (CITIZEN CY 720, USA)
- ✓ Balanza de humedad (CITIZEN MB 200, U.S.A.)
- ✓ Reflectómetro RQflex® plus 10 (MERCK KGAA, DARMSTADT, ALEMANIA)
- ✓ Microscopio Electrónico de Barrido (TESCAN, ALEMANIA)
- ✓ Metalizador al vacío (Q150R, United Kingdom)

- ✓ Difractómetro de Rayos X (Bruker D8 Advance, España)
- ✓ Calorímetro Diferencial de Barrido (60 SHIMADZU, ESPAÑA)
- ✓ Plancha de calentamiento con agitación (CORNING, PC-4200)
- ✓ Mini Spray Dryer (BUCHI B-290)
- ✓ pH-metro (THERMO ORION STAR A1116)

3.2 Métodos

3.2.1 Estudio preliminar de microencapsulación del ácido ascórbico

Se prepararon mezclas de los polímeros: maltodextrina/almidón soluble y maltodextrina/almidón de arroz empleando una relación de 1:1.

Luego, se realizaron soluciones con las mezclas de polímeros y ácido ascórbico empleando una carga de 20% utilizando como disolvente agua destilada, para ambos procesos se aplicó agitación constante en una plancha de calentamiento a una temperatura de 70 °C.

Las soluciones se dejaron enfriar a temperatura ambiente, una vez alcanzada esta temperatura se agregó el ácido ascórbico tanto a la solución de maltodextrina/almidón soluble como a la solución de maltodextrina/almidón de arroz. La cantidad de ácido ascórbico que se adicionó en las dos formulaciones corresponde al 20 %. Se las mantuvo en agitación constante hasta la obtención de una solución homogénea. Las formulaciones obtenidas se secaron en un Mini Spray Dryer.

Las soluciones fueron alimentadas al equipo mediante una bomba peristáltica, se atomizó 20 gramos de cada formulación a una temperatura de entrada de 190 °C y una temperatura de salida de 90 °C, (**modificado de Finotelli y Rocha-Leño, 2005**). Observándose un proceso de secado ineficiente, debido a que todo el material quedo adherido a las paredes de la cámara de secado, por lo que fue necesario utilizar una carta psicrométrica (Anexo 1) para la determinación de las temperaturas de entrada y

salida adecuadas en éste proceso de microencapsulación de ácido ascórbico. Las mismas que resultaron ser de 130 °C y 80 °C respectivamente.

Una vez obtenido el producto atomizado de cada formulación fue almacenado en bolsas polilaminadas a temperatura ambiente (20 °C), para su posterior análisis y selección del mejor material de pared.

3.2.2 Diseño experimental

Al mejor microencapsulado obtenido del ensayo preliminar se le aplicó un diseño de mezcla con diferentes cargas de ácido ascórbico (20, 40 y 60 %) utilizando el programa Statgraphics, valores que se muestran en la Tabla I.

Tabla I: Descripción de los materiales de pared e ingrediente activo.

Identificación	Relación de los materiales de pared e ingrediente activo % p/p		
	Ácido ascórbico	Almidón soluble	Maltodextrina
M1	60	20	20
M2	40	40	20
M3	20	40	40
M4	40	20	40
M5	60	20	20
M6	40	40	20

*La primera columna muestra el porcentaje de carga del ingrediente activo, la tercera y cuarta columna muestra el porcentaje que completan el 100 % de la mezcla para la microencapsulación.

3.2.3 Microencapsulación del ácido ascórbico

Una vez obtenidas las combinaciones de los componentes para el proceso de microencapsulación (Tabla I), se prepararon soluciones del material de pared

(almidón soluble/maltodextrina) en agua destilada (20% p/v), las soluciones se mantuvieron en agitación constante durante 10 minutos.

A continuación se agregó la carga de ácido ascórbico correspondiente a cada una de las soluciones preparadas anteriormente, con agitación constante hasta su completa disolución.

Las soluciones fueron alimentadas al Mini Spray Dryer. Las condiciones de secado fueron: temperatura de entrada 130 °C y temperatura de salida 80 °C y cada una de las mezclas fueron realizadas por triplicado para el secado por aspersión.

3.2.4 Determinación del rendimiento de microencapsulación

El rendimiento de microencapsulación se calculó usando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{masa de polvo obtenido (g)}}{\text{masa de sólidos en la alimentación (g)}} \times 100 \quad \text{Ecuación 1}$$

3.2.5 Determinación del contenido de humedad de las microesferas

Para determinar el contenido de humedad de las microesferas se pesó 5 gramos de muestra de ácido ascórbico microencapsulado y se colocó en una balanza infrarroja de humedad, registrando los valores en porcentaje. Las medidas se realizaron por triplicado a las 0, 16 y 28 semanas.

3.2.6 Caracterización morfológica de las microesferas

3.2.6.1 Morfología de las microesferas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

En el Laboratorio de Biotecnología, de la Facultad de Ciencias Exactas, de la Escuela Superior Politécnica del Ejército (Quito), se realizó la caracterización morfológica de (superficie y tamaño de partícula de las microesferas). Empleando un microscopio

electrónico de barrido. Para el análisis se tomó una cantidad mínima de las muestras microencapsuladas, las cuales fueron pegadas a un portamuestras cilíndricos (1 cm de diámetro), posteriormente la placa conjuntamente con la muestra fue llevada a un ionizador al vacío con el fin de metalizarla con una capa de oro de 20 nm de espesor. El análisis morfológico de las microesferas fue realizado a las 0 y 28 semanas.

3.2.7 Determinación cualitativa de la eficiencia de microencapsulación

El análisis cualitativo de las microesferas se realizó mediante dos métodos:

3.2.7.1 Análisis térmico: Calorimetría Diferencia de Barrido (DSC).

El análisis cualitativo del microencapsulado fue realizado mediante calorimetría diferencial de barrido. En cápsulas de aluminio se pesó 3 mg de las muestras y se cerraron herméticamente. Las muestras fueron calentadas a una velocidad de 10 °C/min, desde 25 ° hasta 230 °C.

3.2.7.2 Difractometría de Rayos X (DRX)

El análisis cualitativo de difracción de rayos X se realizó en el Laboratorio de Biotecnología de la Facultad de Ciencias Exactas de la ESPE (Escuela Superior Politécnica del Ejército-Quito). Se prepararon muestras homogéneas de los materiales poliméricos, del ácido ascórbico puro, del ácido ascórbico microencapsulado y de la mezcla de polímeros y principio activo previo al proceso de microencapsulación, las mismas se colocaron en portamuestras circulares y cerradas herméticamente. Las muestras fueron analizadas en un Difractómetro automático y mediante el software Spectra Analysis se obtuvieron difractogramas para su posterior comparación.

3.2.8 Contenido de ácido ascórbico

Se cuantificó el ácido ascórbico contenido en las microesferas, empleando el método reflectométrico, el cual consiste en la interacción entre la luz y la materia.

La muestra en estudio es iluminada por un haz de luz, cuya reflexión en la tira de reactivo, es medida por el equipo. Al igual que en la fotometría clásica, la diferencia en la intensidad de la luz emitida y reflejada permite una determinación cuantitativa de la concentración de analitos específicos.

El ácido ascórbico reduce el ácido molibdofosfórico amarillo a azul de fosfomolibdeno que se determina reflectométricamente.

Para ello se utilizó un reflectómetro RQflex® plus 10, el mismo que fue calibrado para la determinación de vitamina C insertando una tira de código de barras específica para este principio activo.

Para la cuantificación de ácido ascórbico se preparó una solución con una concentración de 216 ppm del microencapsulado al 40 % de carga de ácido ascórbico. A continuación se sumergió una tira de medición en la solución preparada por aproximadamente 1 segundo y se retiró el exceso de líquido de la tira, transcurridos 5 segundos de la reacción entre el producto y los componentes presentes en la tira se introdujo la misma en el equipo asegurándose de que exista un contacto con el adaptador. Seguidamente se observó en la pantalla del equipo el valor de medición en mg·L⁻¹. Las mediciones se realizaron por triplicado.

3.2.9 Determinación de la eficiencia de microencapsulación del ácido ascórbico

Con los datos obtenidos en el apartado 3.2.8 se calculó los porcentajes de eficiencia de microencapsulación de ácido ascórbico empleando siguiente ecuación:

$$\%E = \frac{\text{mg AA cuantificado}}{\text{mg de AA teorico}} \times 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Análisis y Discusión de los resultados

4.1.1 Resultados del ensayo preliminar de microencapsulación de ácido ascórbico.

Inicialmente en el ensayo preliminar no se formó el producto microencapsulado debido a que durante el proceso de secado toda la mezcla de material polimérico y principio activo se adhirió en las paredes de la cámara de secado, por lo cual se realizó una corrección de las temperaturas de entrada y de salida mediante la utilización de una carta psicrométrica (Anexo E). Finalmente se trabajó con temperaturas de entrada y salida de 130 y 80 °C respectivamente, debido a que estas temperaturas resultaron ser las más óptimas para el proceso de microencapsulación de ácido ascórbico. A través de la Tabla II se muestran los rendimientos obtenidos después del secado por aspersión de las formulaciones.

Tabla II: Rendimiento de microencapsulación de ácido ascórbico mediante secado por aspersión

Tratamiento	Carga % de AA	Temperatura de entrada (°C)	Temperatura de salida (°C)	Rendimiento (%)
M1	20	130	80	70,10 ± 0,65
M2	20	130	80	60,75 ± 0,40

*M1, maltodextrina/almidón soluble; M2 maltodextrina/almidón de arroz; AA, ácido ascórbico. El rendimiento corresponde a un valor promedio de tres réplicas.

Los resultados demuestran que el tratamiento M1 genera el mayor rendimiento dentro del proceso alcanzando un valor del 70,10 ± 0,65%. Hay que tomar en cuenta que el agua (solvente) incorporada en la preparación de las soluciones es nula, ya que el solvente se evapora durante el proceso de secado para la obtención de microesferas. Por tal razón, la mezcla de polímero maltodextrina/almidón soluble es el más indicado para microencapsular ácido ascórbico.

La elección del mejor material para la microencapsulación de ácido ascórbico también se sustenta en base a estudios realizados, como el que demuestran **Trindade & Grosso (2008)**, que el ácido ascórbico microencapsulado por secado por aspersion en almidón de arroz nativo presentó un rendimiento del 99,7 y 99,6 % mientras que con almidón de papa soluble obtuvo el 100 %. Palma-Rodriguez et al., (2013) realizaron un estudio sobre microencapsulación de ácido ascórbico empleando diferentes matrices entre almidón de arroz nativo y almidón soluble de papa, obteniendo una retención de ácido ascórbico del 57,7 y 98,8 % respectivamente.

Como se muestra en la figura 2 y 3 por medio de los máximos de difracción se comprueba que tanto para la mezcla de maltodextrina/almidón soluble y maltodextrina/almidón de arroz los cuales presentan una estructura amorfa a comparación del ingrediente activo que posee una alta cristalinidad, el microencapsulado muestra una disminución de los máximos de difracción asemejándose a los presentados por los materiales de pared.

Por medio del análisis cualitativo se determinó que ambas mezclas de polímeros utilizadas cumplen con el objetivo de microencapsulación de ingrediente activo, pero finalmente se eligió la mezcla de las matrices maltodextrina/almidón soluble, debido a que este último componente presenta un bajo costo económico y una amplia disponibilidad en el mercado en comparación al almidón de arroz.

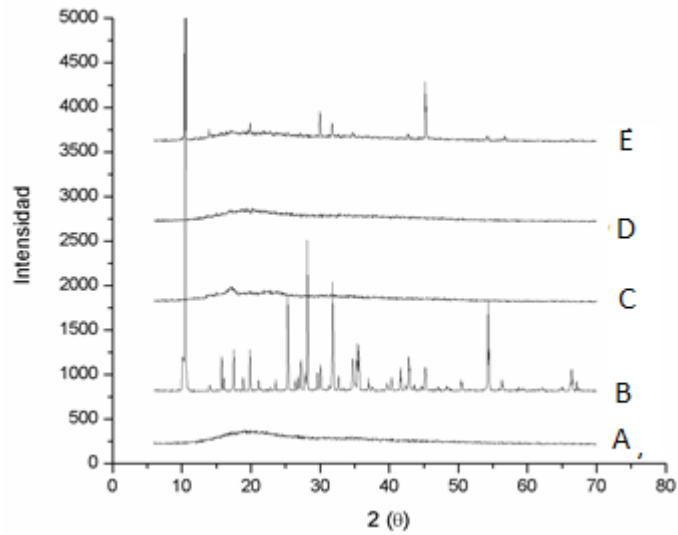


Figura 2: Difractograma de Rayos X: Microencapsulado de ácido ascórbico con maltodextrina/almidón soluble: A) ácido ascórbico microencapsulado, B) ácido ascórbico, C) almidón soluble, D) maltodextrina, E) mezcla ácido ascórbico y polímeros.

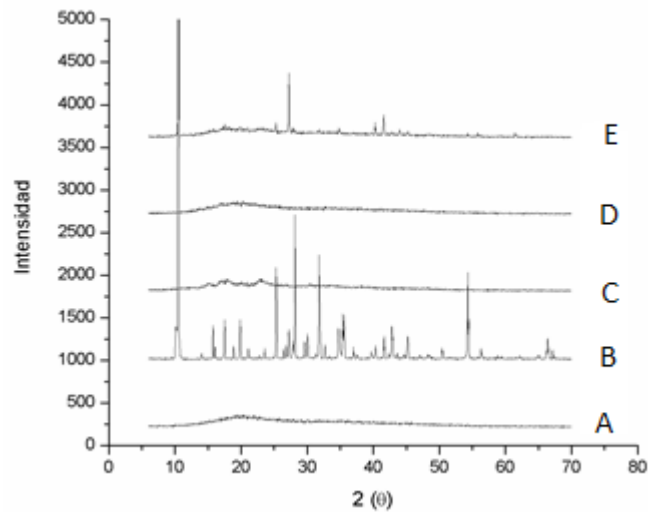


Figura 3: Difractograma de Rayos X: Microencapsulado de ácido ascórbico con maltodextrina/almidón de arroz. A) ácido ascórbico microencapsulado, B) ácido ascórbico, C) almidón de arroz, D) maltodextrina, E) mezcla ácido ascórbico y polímeros.

4.1.2 Microencapsulación de ácido ascórbico

La Tabla III señala los rendimientos de las mezclas de ácido ascórbico (cargas 20, 40 y 60 %) con el mejor material de pared maltodextrina/almidón soluble, seleccionado del ensayo preliminar como se muestra en el apartado 4.1.1.

Tabla III: Resultados del rendimiento de microencapsulación de ácido ascórbico

Tratamientos	Temperatura de entrada (°C)	Temperatura de salida (°C)	Rendimiento %
M1	130	80	-
M2	130	80	71,25 ± 0,41
M3	130	80	61,81 ± 0,39
M4	130	80	83,41 ± 0,56
M5	130	80	-
M6	130	80	70,46 ± 0,66

*Los valores de rendimiento corresponden al promedio de tres réplicas.

Los rendimientos de las muestras M1 y M5 no se obtuvieron debido a que no hubo formación de las microesferas al momento de la atomización.

Las muestras M2, M3 y M6, presentan rendimientos de 71,25 ± 0,41%, 61,81 ± 0,39% y 70,46 ± 0,66% respectivamente, mientras que para la muestra M4 presentó un rendimiento alto del 83,41 ± 0,56 considerando el mejor tratamiento con respecto al resto, un rendimiento menor fue obtenido por Beristain & C.I. (2010), del 78 % quienes microencapsularon ácido ascórbico, utilizando como material de pared quitosano y fue mayor el obtenido por Lopera et al., (2009) del 89,5% utilizando como material de pared maltodextrina con goma arábica para microencapsular ácido ascórbico, estos resultados se pueden atribuir a que se utilizaron diferentes polímeros encapsulantes los cuales pueden modificar la viscosidad de la solución a secar y por lo tanto el rendimiento del proceso.

4.1.3 Caracterización de las microesferas

4.1.3.1 Análisis de humedad de las microesferas en función del tiempo.

El análisis de humedad se lo realizó al mejor tratamiento. El producto obtenido fue almacenado en un desecador a temperatura ambiente (20 °C) en bolsas polilaminadas. El análisis de humedad de las microesferas, mostro un incremento en función del tiempo (Tabla IV), se evaluó la humedad a las 0, 16 y 28 semanas.

Tabla IV: Humedad de las Microesferas

Tiempo (semanas)	Humedad (%)
0	1,38 ± 0,25
16	4,61 ± 0,33
28	6,75 ± 0,34

La humedad registrada después del proceso de secado fue de $1,38 \pm 0,25$ %, este resultado es similar a un trabajo realizado por Palma-Rodriguez et al., (2013), al microencapsular ácido ascórbico mediante secado por aspersión con dos matrices maltodextrina y almidón soluble de papa, el valor de humedad reportado es de $1,5 \pm 0,038$ %, indicando una humedad óptima del microencapsulado obtenido. El porcentaje de humedad muestra un ligero incremento en función del tiempo de almacenamiento, pero los valores se encuentran dentro del límite aceptable para productos en polvo (menor al 12%).

4.1.3.2 Análisis morfológico: Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

La morfología y la superficie de las microesferas se analizaron con micrografías obtenidas mediante microscopia electrónica de barrido. En la Figura 4 se observa una diferencia entre las microesferas obtenidas luego de la atomización y las obtenidas luego de las 28 semanas de almacenamiento a temperatura ambiente (20 °C). Las primeras obtenidas luego de la atomización presentan forma esférica e irregular con

la superficie contraída (Figura 4a). A las 28 semanas de almacenamiento las microesferas en su mayoría se presentan encogidas y aglomeradas una con otras, pero sin perder su esfericidad (Figura 4b). Finotelli & Rocha-leão, (2005), obtuvieron microesferas con morfologías similares a las obtenidas en este trabajo al utilizar maltodextrina/capsul como materiales de pared. La presencia de irregularidades en la superficie, lo cual se atribuye a efectos de la composición de los encapsulantes, y las condiciones de secado.

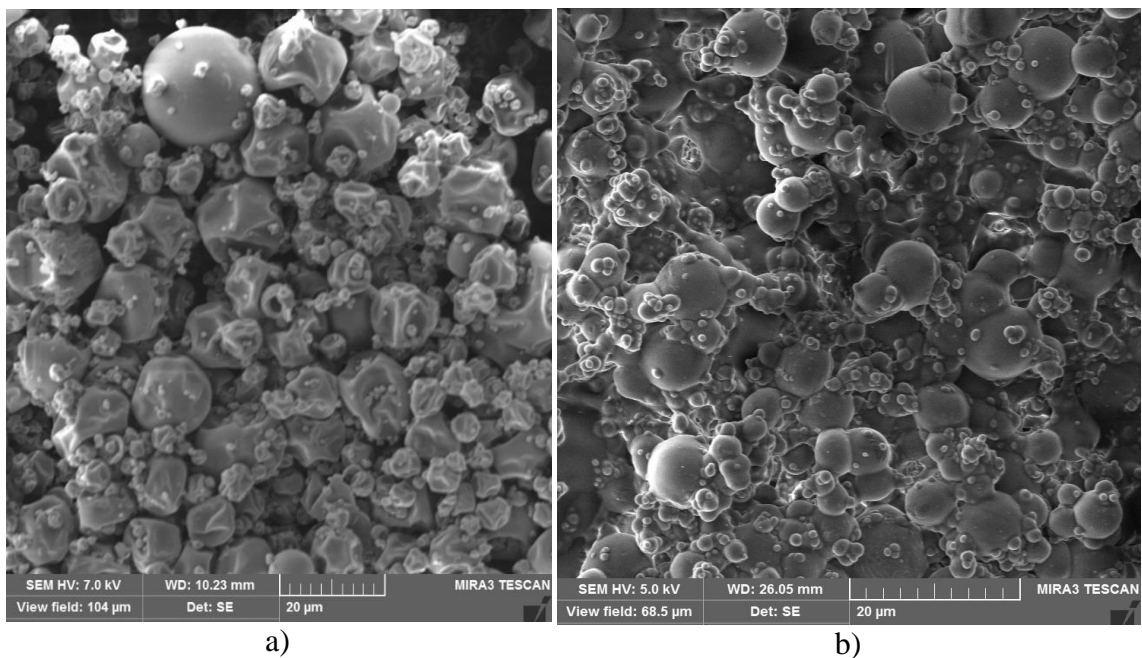


Figura 4. Morfología de las microesferas que contienen ácido ascórbico, usando como material de pared maltodextrina/almidón soluble. a) Microesferas de ácido ascórbico después de la atomización, b) Microesferas de ácido ascórbico a las 28 semanas de la atomización

Mediante la microscopia electrónica de barrido se evaluó el tamaño de las microesferas (Figura 5), obteniendo un valor promedio de $8,12 \pm 3,92 \mu\text{m}$, con tamaños que van desde 3,29 hasta 15,90 μm ., comparando con el estudio realizado por Trindade & Grosso, (2008), reportaron que las microcápsulas de ácido ascórbico obtenidas con goma arábica presentaron un tamaño de partícula de 8 μm , resultado

similar al realizado en este trabajo utilizando como encapsulantes maltodextrina/almidón soluble. Otro trabajo realizado por Palma-Rodriguez et al., (2013), utilizando como material de pared almidón de arroz para microencapsular ácido ascórbico, reportó un tamaño de partícula de 7,55 μm , las microcápsulas presentaron formas variadas, esféricas e irregulares. Los resultados registrados en ambos estudios permiten establecer que la variación de tamaño de partícula está dada por las diversas combinaciones de agentes encapsulantes utilizados en la microencapsulación.

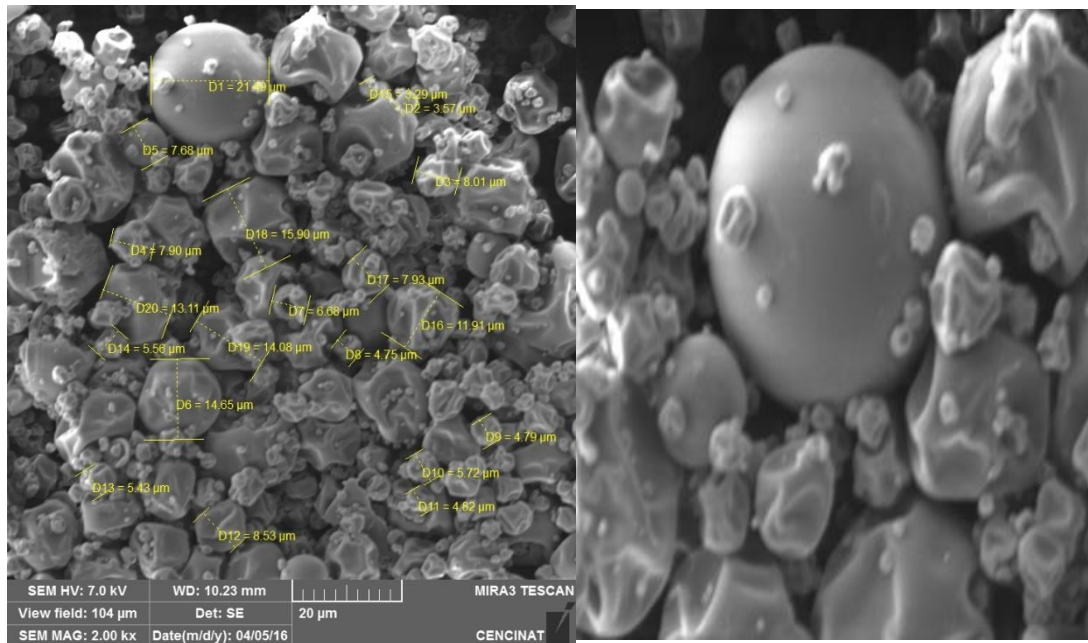


Figura 5. Distribución del tamaño de partícula de las microesferas. Diámetro de las microesferas mediante microscopía electrónica de barrido.

4.1.3.3 Análisis térmico: Calorimetría diferencia de barrido (DSC)

La Figura 6 muestra los termogramas obtenidos por DSC del ingrediente activo puro el cual presenta un pico prominente con una temperatura de fusión de 193,43 $^{\circ}\text{C}$, valor que se asemeja al reportado bibliográficamente de 190 a 192 $^{\circ}\text{C}$. Los materiales de

pared (Figura 7 y 8) muestran picos reducidos los cuales se asemejan al termograma del microencapsulado de ácido ascórbico (Figura 9). Demostrando que el compuesto activo ha sido microencapsulado.

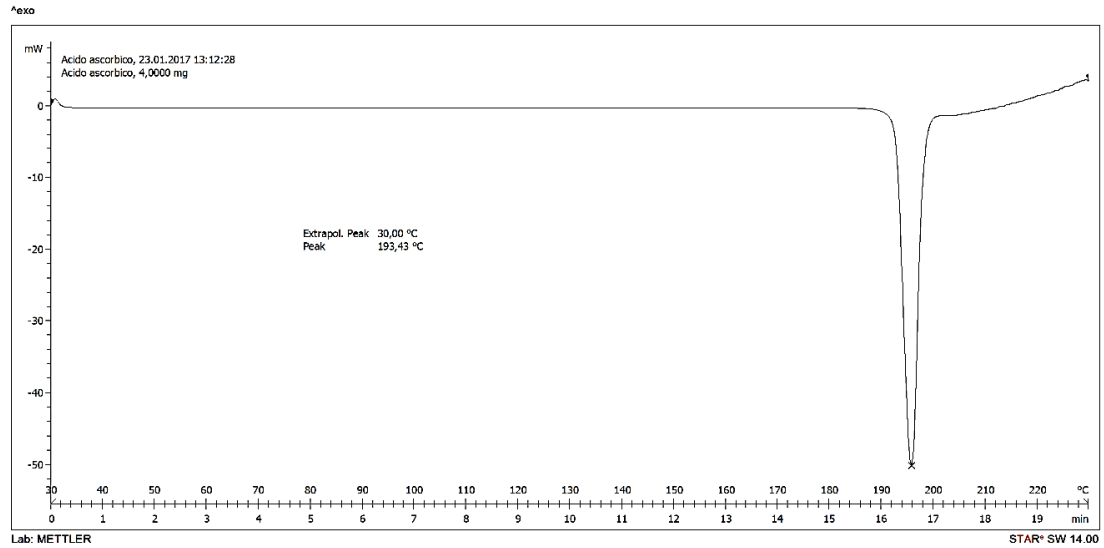


Figura 6: Termograma de ácido ascórbico puro.

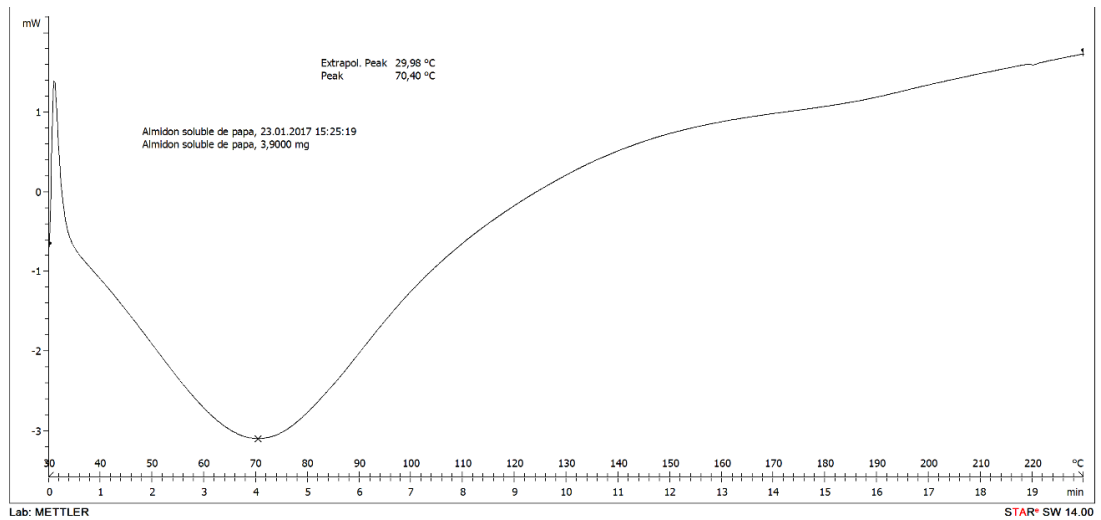


Figura 7: Termograma de matriz almidón soluble.

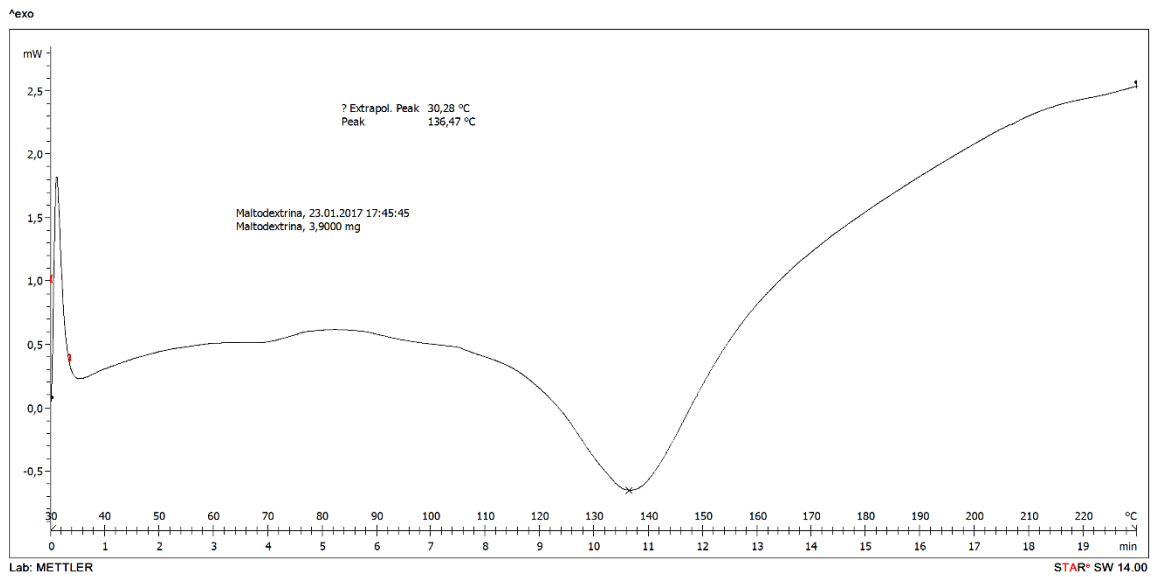


Figura 8: Termograma de matriz maltodextrina.

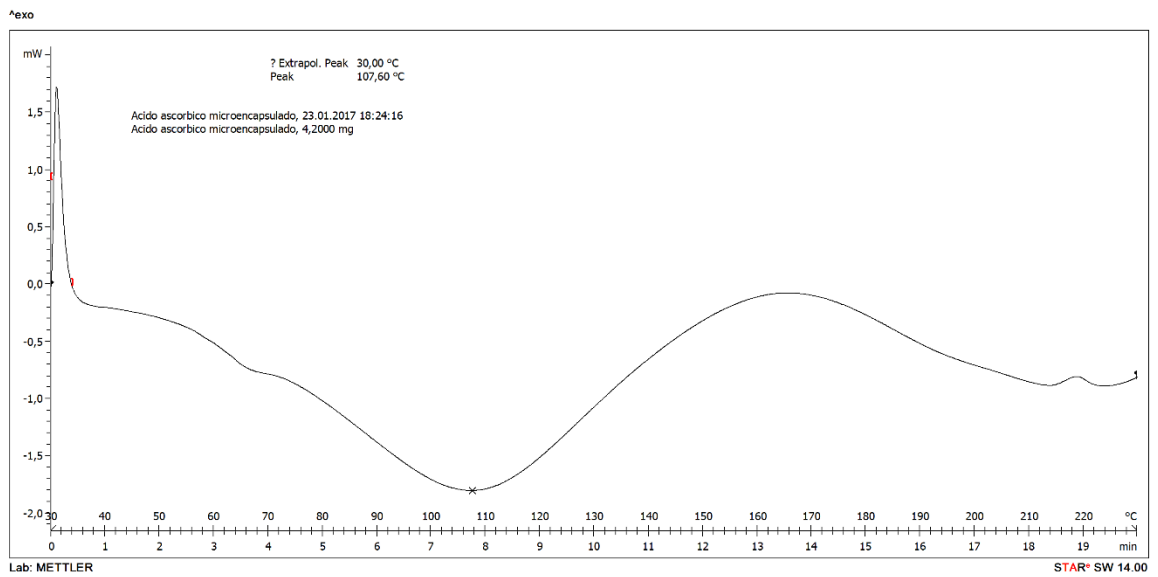


Figura 9: Termograma microencapsulado de ácido ascórbico con maltodextrina/almidón soluble.

4.1.3.4 Difractometría de rayos X (DRX)

Se comprobó la cristalinidad que presenta el ácido ascórbico en su estado puro mediante este análisis, ya que su máximo de difracción es prominente el cual indica que dicho componente activo posee un porcentaje elevado de cristalinidad (Figura 10). En los difractogramas resultantes de los materiales de pared con el mismo análisis se observó la falta de los máximos de difracción, describiendo que sus estructuras son amorfas como se presenta en las Figuras 11 y 12. Al comparar los termogramas de las muestra microencapsula de ácido ascórbico (Figura 13) con los materiales de pared, se identificó una disminución de sus máximos de difracción, comprobando que la tecnología de microencapsulación aplicando el método de secado por aspersión fue óptimo y que el ingrediente activo está realmente envuelto por las matrices poliméricas.

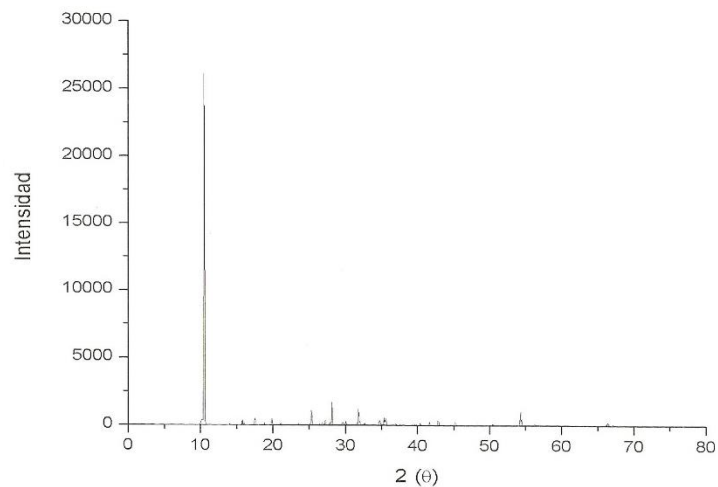


Figura 10: Difractograma Rayos X de ácido ascórbico puro

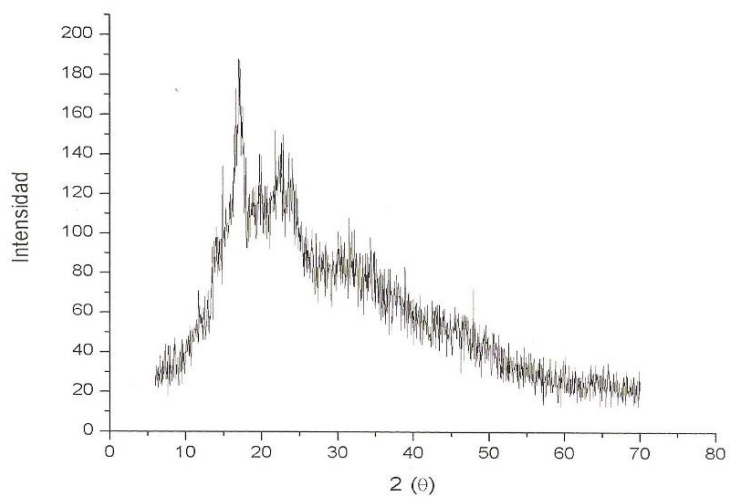


Figura 11: Difractograma Rayos X de almidón soluble

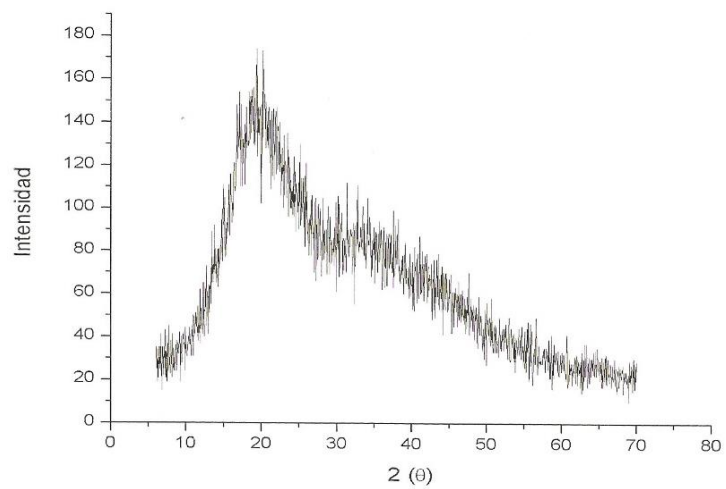


Figura 12: Difractograma Rayos X de maltodextrina

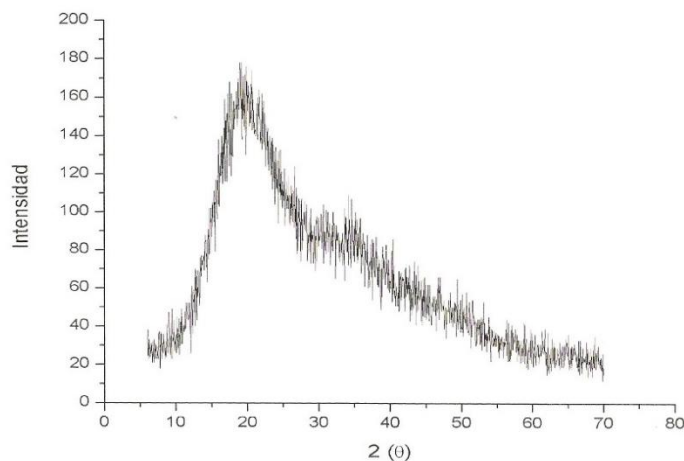


Figura 13: Difractograma Rayos X de microencapsulado de ácido ascórbico

4.1.4 Contenido de ácido ascórbico por el método reflectométrico.

Se cuantificó el contenido de ácido ascórbico del mejor tratamiento mediante el método reflectométrico, obteniéndose un valor promedio del 37.41 %. Porcentaje muy cercano al valor teórico del ingrediente activo el cual fue del 40%.

Mediante la Ec. (2) se determinó la eficiencia de microencapsulación obteniéndose un valor del $93.51 \% \pm 0.80$, resultado sumamente alto en comparación a trabajos similares al microencapsular el ácido ascórbico con quitosano entrecruzado con tripolifosfato, en donde se llegó a un valor de eficiencia de microencapsulación del $58.30\% \pm 1.27$ (Desai & Park, 2005; Wilson & Shah, 2007). Demostrándose que los polímeros utilizados son eficientes en la microencapsulación de la vitamina C y que la técnica de secado por aspersión es la más óptima.

4.2. Verificación de hipótesis

A través de los resultados obtenidos se acepta la hipótesis alternativa (H_a), ya que la variación de carga del ingrediente activo altera el rendimiento del proceso de microencapsulación. Notándose diferencias para cada mezcla y estableciéndose que a una carga del 40 % con respecto al peso de los materiales de pared es el mejor para este proceso.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- Se microencapsuló ácido ascórbico con dos mezclas de matrices maltodextrina/almidón soluble y maltodextrina/almidón de arroz, obteniendo rendimientos del 70.10 y 60.75 % respectivamente. Por lo cual se eligió la combinación con mayor rendimiento, siendo la mejor matriz polimérica para microencapsulación mediante secado por aspersion.

- Se evaluó cualitativamente la eficiencia de la microencapsulación de dos mezclas de almidón soluble de papa-maltodextrina; y; almidón de arroz-maltodextrina, mediante el análisis de Difractometria de Rayos X, en el cual se determinó que ambas mezclas de polímeros utilizadas cumplen con el objetivo de microencapsulación del ingrediente activo, pero finalmente se eligió la mezcla de las matrices maltodextrina/almidón soluble, debido a que este último componente presenta un bajo costo económico y una amplia disponibilidad en el mercado en comparación al almidón de arroz.

- Mediante un diseño de mezclas se determinaron las cantidades de los componentes para cada una de las combinaciones a microencapsular (Tabla 1), obteniéndose como mejor carga de ácido ascórbico un 40%, mientras que la relación más óptima de almidón soluble y maltodextrina resultó ser 1:2. Con esta combinación se obtuvieron los valores más altos tanto en rendimiento como en eficiencia, $83.41 \pm 0.56 \%$ y $93,51 \pm 0.80\%$ respectivamente, comprobando de esta manera que la combinación obtenida en el análisis estadístico es la más adecuada para la microencapsulación de vitamina C mediante secado por aspersion.

- Obtenido el mejor tratamiento se caracterizó morfológicamente las microesferas por microscopía electrónica de barrido (SEM) comprobándose el cambio morfológico de las microesferas de ácido ascórbico a las 0 semanas y a las 28 semanas, como también, se estimó el tamaño de esferas con un diámetro promedio de $8,12 \pm 3,92 \mu\text{m}$. A las 0 semanas las microesferas presentaron formas esféricas como irregulares, mientras que a las 28 semanas estos pierden un poco su forma debido que el microencapsulado absorbió humedad por un inadecuado almacenamiento del mismo.
- Cualitativamente mediante Difractometría de Rayos X se comprobó la eficiencia de microencapsulación de las microesferas de ácido ascórbico presentando una disminución de los máximos de difracción comparados con los difractogramas del ingrediente activo en estado puro que presentó un máximo de difracción prominente, mientras que los materiales de pared presentaron difractogramas con sus máximos disminuidos; comprobando que el ingrediente activo ha sido microencapsulado, debido a la similitud que presentó el difractograma de la muestra microencapsulada con los difractogramas de las matrices.
- El análisis cualitativo calorimétrico mostró la eficiencia de microencapsulación mediante la evaluación de los termogramas presentando la ausencia de los picos para el termograma de la muestra microencapsulado con respecto al termograma del ingrediente activo en estado puro.

5.2. Recomendaciones

- Con el fin de optimizar y maximizar los rendimientos es recomendable ajustar las condiciones del proceso de secado por aspersión
- Extender el trabajo de investigación mediante el estudio de la estabilidad del componente activo y actividad antioxidante del ácido ascórbico microencapsulado
- Evaluar las combinaciones más prometedoras de los agentes encapsulantes para la incorporación de las microesferas en una selección de productos alimenticios para que la eficacia de la protección pueda establecerse dentro de las matrices de alimentos.

Referencias Bibliográficas

- Arana, P. A., & Quijano, M. F. (2012). Extracción, Caracterización y Composición de Látex Obtenido, en Secado por Aspersión, de tres Variedades de Papaya (Carica papaya).
- Beristain, A., & C.I., P. y. (2010). Encapsulación de Ácido Ascórbico mediante Secado pro Aspersió, utilizacon Quitosano como Material de Pared. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 9(2), 189–195.
- Desai, K. G. H., & Park, H. J. (2005). Encapsulation of vitamin C in tripolyphosphate cross-linked chitosan microspheres by spray drying. *Journal of Microencapsulation*, 2, 179–92. <https://doi.org/10.1080/02652040400026533>
- Dubey, R., Shami, T. C., & Bhasker Rao, K. U. (2009). Microencapsulation technology and applications. *Defence Science Journal*, 59(1), 82–95. <https://doi.org/10.14429/dsj.59.1489>
- Ferrándiz, M., Capablanca, L., Franco, E., & Mira, E. (2016). Microencapsulation of L-Ascorbic Acid by Spray Drying Using Sodium Alginate as Wall Material. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, 6, 1–8.
- Finotelli, P. V, & Rocha-leão, M. H. M. (2005). Microencapsulation of Ascorbic Acid in Maltodextrin and Capsul Using Spray Drying. *ENPROMER*, 1, 1–11.
- García, A., & López, A. (2012). Biopolímeros utilizados en la encapsulación. *Temas Selectos de Ingenieria en Alimentos (Vol. 6)*. Retrieved from <http://www.udlap.mx/>
- García, I. M. (2013). Elaboración de un Suplemento Dietético a Base de Extracto de Frijol Negro mediante Secado por Aspersión.
- Herrera, N. L. (2008). Caracterización de Biopolímeros y su Aplicación en la Microencapsulación de Probióticos de liberación. *Ciencias Marinas*. <https://doi.org/Tesis de Ingenieria Civil>
- Lopera, S. M. C., Guzmán, C. O., Cataño, C. R., & Gallardo, C. C. (2009). Desarrollo y Caracterización de Micropartículas de Ácido Fólico formadas por Secado por Aspersión, Utilizando Goma Arábica y Maltodextrina como Materiales de Mared. *Vitae*, 16(1), 55–65.
- López Hernández, O. D. (2010). Microencapsulación de sustancias oleosas mediante secado por aspersión. *Revista Cubana de Farmacia*, 44(3), 381–389.
- Lopretti, M; Barreiro, F; Fernandes, I; Damboriarena, A; Ottati, C; Olivera, A. (2007). Microencapsulación de compuestos de actividad biológica. *Publicación Anual Del Laboratorio Tecnológico de Uruguay*, 2(2), 19–23.
- Nizori, A. (2013). The development and Application of Microencapsulation for Enhanced Retention of Ascorbic Acid in Fortification of Foods.

- Nizori, A., Bui, L. T. T., & Small, D. M. (2012). Microencapsulation of Ascorbic Acid by Spray Drying : Influence of Process Conditions. *International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering*, 6(12), 453–457. Retrieved from <http://waset.org/publications/15911/microencapsulation-of-ascorbic-acid-by-spray-drying-influence-of-process-conditions>
- Okuro, P. K., Eustáquio de Matos, F., & Favaro-Trindade, C. S. (2013). Technological Challenges for Spray Chilling Encapsulation of Functional Food Ingredients. *Food Technology and Biotechnology*, 51(2), 171–182.
- Palma-Rodriguez, H. M., Agama-Acevedo, E., Gonzalez-Soto, R. A., Vernon-Carter, E. J., Alvarez-Ramirez, J., & Bello-Perez, L. A. (2013). Ascorbic acid microencapsulation by spray-drying in native and acid-modified starches from different botanical sources. *Starch/Staerke*, 65, 584–592. <https://doi.org/10.1002/star.201200200>
- Palma, H. M. (2012). Caracterización de Almidones de diferentes Fuentes tratados con Ácido para la Encapsulación de Vitamina C.
- Parra, R. / U. N. del C. (2011). Revisión: Microencapsulación de Alimentos. *Open Journal Systems*, 63, 37055. Retrieved from <http://www.revistas.unal.edu.co/index.php/refame/article/view/25055/37055>
- Pérez-leonard, H., Bueno-garcía, G., & Brizuela-herrada, M. A. (2013). Microencapsulación : una vía de protección para microorganismos probióticos. *Icidca*, 47(1), 14–25.
- Tandale, S. R. (2003). Microencapsulation of Vitamin C and Gallic Acid in Whey Protein.
- Trindade, M. A., & Grosso, C. R. (2008). The Stability of Ascorbic Acid Microencapsulated in Granules of Rice Starch and in Gum Arabic. *Journal of Microencapsulation*, 17, 169–76. <https://doi.org/10.1080/026520400288409>
- Velazco, E. V., & Vega, R. (2003). Estabilidad del Ácido Ascórbico en Productos Elaborados de Camu Camu, 1–14.
- Wijaya, M., Small, D. M., & Bui, L. (2011). Microencapsulation of Ascorbic Acid for Enhanced Long-term Retention during Storage. *Human Protection and Performance Division DSTO*, 1–43.
- Wilson, N., & Shah, N. P. (2007). Microencapsulation of Vitamins. *ASEAN Food Journal*, 1, 1–14.

ANEXOS

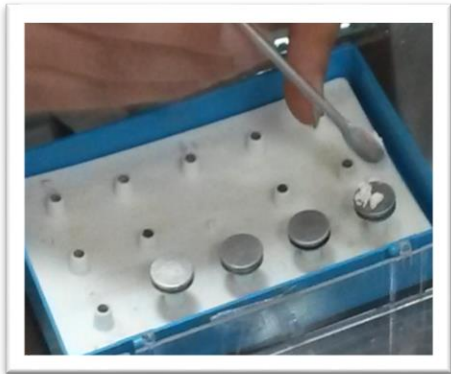
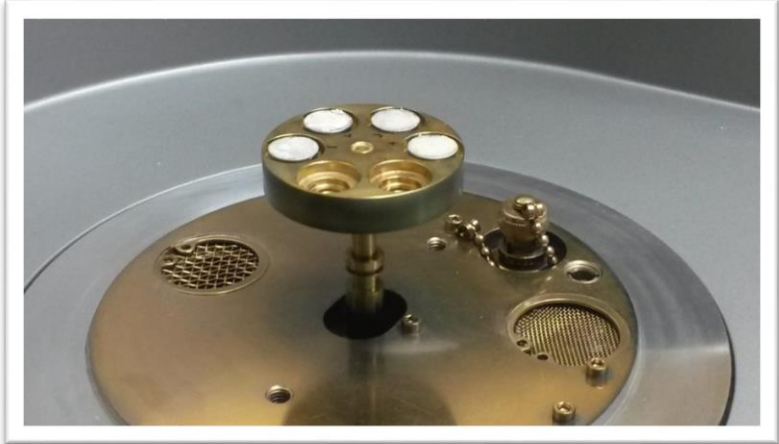
Anexo A: microencapsulación de ácido ascórbico



Anexo B: Difractometría de rayos X (DRX)



Anexo C: Microscopía electrónica de barrido



Anexo D: Cuantificación de ácido ascórbico por método refractométrico



ANEXO E: Carta psicrométrica

FIGURA 3
GRAFICO PSICROMETRICO
 ALTAS TEMPERATURAS
 PRESION ATMOSFERICA
 101,325 kPa

