

## Aplicación de ultrasonido en el procesamiento de mora de Castilla (*Rubus glaucus* Benth): Efecto sobre la calidad funcional y evaluación como pretratamiento al secado convectivo

Jessica Nathaly Parada Montero<sup>1</sup>, Carlos Andrés Romero Jiménez<sup>2</sup>,  
Byron Daniel Yépez Villarreal<sup>3\*</sup>

<sup>1,2,3</sup> Programa de Ingeniería de Alimentos, Departamento de Ingeniería, Universidad Jorge Tadeo Lozano

Carrera 4 No. 22-61, Modulo 7A, 4° piso. Tel: (1) 242 7030 Ext. 1440 – 1444  
Bogotá, D.C. - Colombia, 110311

\*Byron.yepez@utadeo.edu.co

### Resumen

En esta investigación, se evaluó el uso de ultrasonido de potencia (US) como pretratamiento al secado de la mora de castilla (*Rubus glaucus* Benth) mediante el estudio estadístico del efecto de las variables de proceso sobre la pérdida de calidad funcional del producto y sobre la velocidad de pérdida de humedad. Inicialmente se estudió el efecto de la potencia (52.5 - 117.5 W), la temperatura (20 - 40 °C) y el tiempo (10 - 30 min) sobre la retención de compuestos antioxidantes en el fruto y sobre la concentración de colorantes y actividad antioxidante del extracto. Tanto el mayor porcentaje de retención (57.7%) se lograron con una potencia de 177.5 W, a 20 °C y 10 minutos de aplicación, mientras que el extracto con mayor concentración de colorantes (1.120 g/ L) se obtuvo a la misma potencia, 40 °C y 30 min. Se encontró que la temperatura fue la única variable que presentó un efecto significativo sobre la retención y que su efecto es inversamente proporcional, mientras que ésta variable y la potencia afectan significativamente la extracción de colorantes. Considerando los resultados anteriores, se estudió entonces el efecto de temperatura del aire (40 - 60 °C), la potencia (0 - 230 W) y el tiempo (10 - 30 min) sobre la rapidez de secado convectivo. Se observó que la potencia y la temperatura del aire son las variables que más afectan la rapidez de secado, alcanzando su mayor valor a 200 W, 60 °C y 30 min. Se concluye que la aplicación de US en el procesamiento de mora permite obtener un producto deshidratado de mejor calidad funcional y resulta ser efectivo a la hora de reducir el tiempo necesario para lograr un valor de humedad dado durante el secado convectivo.

**Palabras clave:** Mora de Castilla, Ultrasonido, Extracción, Secado Convectivo, Actividad Antioxidante

## **Abstrat**

In this study, the use of ultrasound (US) as a pretreatment for drying of Andean blackberry (*Rubus glaucus* Benth) was evaluated by using the statistical study of the effect of processing variables on the loss of functional quality of product and the convective drying rate. Initially, the effect of ultrasound power (52.5 - 117.5 W), temperature (20 - 40 °C) and time (10 - 30 min) on the retention of antioxidant compounds in the fruit and the concentration of dyes in the extract, was studied. The highest percentage of retention (57.7%) was achieved with a power of 177.5 W, 20 °C and 10 minutes of application, while the extract with a higher concentration of dyes (1.120 g/L) was obtained at 117.5 W, 40 °C and 30 min. Temperature was the only variable that showed a significant effect on retention, whereas this variable and the power significantly affect the extraction of dyes. Considering the previous results, the effect of air temperature (40 - 60 °C), ultrasound power (0 - 230 W) and time (10 - 30 min) on the convective drying rate, was studied. It was found that ultrasound power and air temperature are the variables that affect the drying rate the most, reaching its highest value at 200 W, 60 °C y 30 min. This study concluded that the application of ultrasound in blackberry processing allows to get a dehydrated product with a better functional quality and ends up being effective when it comes to reducing the amount of time necessary to get a given moisture value during the convective drying.

**Keywords:** Andean Blackberry, Ultrasound, Extraction, Convective Drying, Antioxidant Activity

## 1. INTRODUCCIÓN

La percepción del consumidor actual respecto a lo que demanda de los productos alimenticios ha sufrido un cambio considerable, al punto que la ingestión de alimentos no sólo se realiza para satisfacer el hambre sino que también se busca que aporte compuestos naturales que le ayuden en su nutrición y a mejorar su salud tanto física como mental (Menrad, 2003). Un ejemplo de esta tendencia se refleja en el uso de antioxidantes para prevenir el deterioro de la calidad y valor nutritivo de algunos productos, sobre todo los de alto contenido en grasas y lípidos insaturados. Mientras que hace algunos años en la mayoría de industrias de alimentos se utilizaban compuestos antioxidantes de origen sintético (BHT, BHA, TBHQ, entre otros), en la actualidad han enfocado su atención en el uso de antioxidantes de origen natural, ya que éstos han demostrado tener un efecto benéfico en la salud humana, sobre todo en la reducción de riesgo de cáncer, en enfermedades cardiovasculares y en la prevención de enfermedades neurodegenerativas (Mertz, et al., 2007).

Una de las grandes fuentes de antioxidantes naturales son las frutas. Entre estas, la mora de castilla (*Rubus glaucus* Benth) se destaca tanto por ser una fuente rica de polifenoles, ácido benzoico, ácido hidroxicinámico y flavonoides (Mertz, et al., 2007), como por su alta actividad antioxidante debido a la presencia de ácido elágico, taninos, elagitaninos, quercitina, ácido gálico, antocianinas y cianidina (Vaillant, 2010).

La mora de castilla es un fruto originario de las zonas altas tropicales de América, principalmente Ecuador, Guatemala, Honduras, México y Colombia, siendo en muchas regiones de éste último país una de las principales fuentes de ingresos, empleo rural, oferta de alimento e industria (Franco & Giraldo, 2002).

Uno de los retos que presenta la ingeniería de alimentos en nuestros días se relaciona con el desarrollo de tecnologías que no afecten la calidad funcional de los alimentos, tal como ocurre con las tecnologías convencionales (Siró, et al., 2008). Entre estas tecnologías emergentes, los tratamientos con ultrasonido (US) han demostrado ser efectivos a la hora de preservar los componentes responsables de las propiedades funcionales de los alimentos, puesto que ésta se puede emplear a temperaturas cercanas a la ambiental evitando así la degradación térmica de los componentes termolábiles. La aplicación de ultrasonido se fundamenta en el hecho de que las ondas de ultrasonido (por encima del rango audible para los seres humanos) crean un efecto de cavitación que rompe las paredes celulares, por lo que se ha empleado para acelerar la transferencia de calor y de masa desde o hacia el alimento en operaciones tales como la extracción o el secado (Chemat, et al., 2011).

Por ejemplo, Porto, et al. (2009) encontraron que el uso de ultrasonido para asistir la extracción de aceites esenciales del ajo presentaba menor degradación térmica de los compuestos

organosulfurados comparado con la extracción convencional y con la extracción asistida con microondas. [Vilkhu, et al. \(2008\)](#) estudiaron la extracción del licopeno presente en el tomate con acetato de etilo, alcanzando un rendimiento de extracción cercano al 90 % del compuesto activo. [Vinatoru \(2001\)](#) publicó una visión general de la extracción asistida por ultrasonido de los principios bioactivos a partir de hierbas con agua y etanol, mostrando que las extracciones asistidas con ultrasonido mejoraron los rendimientos comparados con los métodos clásicos. [Soria & Villamiel \(2010\)](#) notaron que en algunos casos el producto obtenido presenta una reducción entre el 2 y 20% de la actividad antioxidante con respecto a la muestra fresca y que la variabilidad en los porcentajes de reducción se debe principalmente a la estructura de cada producto.

Recientemente, el uso de ultrasonido de potencia (US) como pretratamiento a la deshidratación ha surgido como una nueva mejora para los procesos convencionales de secado ([Soria & Villamiel, 2010](#)). El uso de ultrasonido como pretratamiento al secado con aire resulta ser una metodología interesante debido a que el tiempo total de procesamiento se reduce entre un 10 y 16% ([Salazar, et al., 2009](#)), esto principalmente a que la difusividad del agua al interior del alimento se aumenta aproximadamente en un 14.4% durante el periodo de secado ([Fernandes & Rodrigues, 2007](#)) y a que permite la remoción del contenido de humedad sin producir un cambio de fase ([de la Fuente-](#)

[Blanco, et al., 2006](#)). Esto tiene un impacto directo en la economía del proceso, ya que generalmente el secado convectivo es una operación energéticamente intensiva debido a que es un proceso simultáneo de transferencia de calor y masa acompañado de un cambio de fase ([Fernandes & Rodrigues, 2007](#)).

A pesar de los avances en esta área, aspectos importantes tales como la influencia de las condiciones de operación a las cuales se lleva a cabo la aplicación de ultrasonido sobre la pérdida de calidad funcional del alimento o sobre los procesos que normalmente se utilizan para su conservación, no han sido objeto de estudio a profundidad. Por tal razón, este trabajo tiene como objetivo estudiar el efecto que pueden tener las variaciones en las condiciones de aplicación de ultrasonido como pretratamiento en el procesamiento de la mora de castilla. Tal influencia, se evaluó considerando dos características importantes: la preservación de compuestos antioxidantes en el fruto después de la aplicación de ultrasonido, y la velocidad de pérdida de agua en la fruta en un posterior proceso de secado con aire caliente. Para tal fin, se emplearon diseños experimentales con el propósito de cuantificar la influencia de la temperatura, el tiempo y la potencia de sonicación sobre las variables antes mencionadas. En cada caso, los resultados experimentales se ajustaron a una superficie de respuesta y se determinaron las condiciones de procesamiento que permiten maximizar en el rango de estudio la calidad funcional del producto.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1. Materiales

La mora fresca se adquirió en el mercado de Paloquemao (Bogotá, Colombia) y posteriormente se sometió a procesos de clasificación, lavado y desinfección con hipoclorito de sodio (10 ppm). Posteriormente, se conformaron 50 unidades experimentales de 150 g de muestra las cuales se empacaron en bolsas sellables de polietileno de baja densidad (LDPE) y se almacenaron a 4 °C hasta su procesamiento.

Para el análisis de la capacidad antioxidante de las muestras, se emplearon los siguientes reactivos:

Hierro III (Panreac, España), Reactivo TPTZ (Fluka Analyticals, USA), Etanol al 99.5% (Panreac, España) y ácido clorhídrico (Panreac, España). En todos los experimentos de aplicación de ultrasonido se empleó agua destilada y deionizada como solvente.

### 2.2. Equipos experimentales

En cada uno de los experimentos con ultrasonido se utilizó el equipo experimental que se muestra en la Figura 1. Las muestras se sometieron a ultrasonido en un equipo Hielscher UP400S (24 kHz) equipado con un sonotrodo de titanio el cual tiene una profundidad sumergida de 45 mm, diámetro de punta 22, amplitud 100  $\mu\text{m}$  y densidad potencia acústica de 85  $\text{W}/\text{cm}^2$ .

Con el fin de controlar el aumento de temperatura en las muestras por efecto de la cavitación, a este equipo se le adaptó un sistema de enfriamiento consistente de una bomba peristáltica que llevaba el agua desde el beaker hasta un serpentín sumergido en un baño refrigerante de propilenglicol operado a - 20 °C.

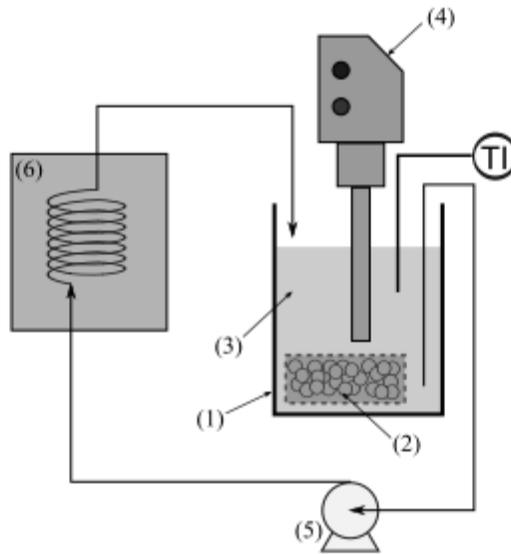


Figura 1. Esquema del equipo experimental.

- (1) Beaker de 200 mL, (2) Muestra vegetal, (3) Medio (agua), (4) Sonotrodo, (5) Bomba peristáltica, (6) Baño refrigerante.

El secado convectivo de las muestras se realizó empleando un secador de bandejas con aire caliente (Garzón, 2008). En este equipo, el conjunto de bandejas está conectado a una balanza analítica de tal forma que permite el registro de la variación del peso de las muestras con el tiempo. La humedad de las muestras se determinó con un medidor de humedad infrarrojo (Mettler Toledo HB43-S Halogen, USA) antes y después de cada pretratamiento. Para cuantificar la actividad antioxidante de la mora después del ultrasonido, se utilizó un espectrofotómetro (Jenway 6505 UV/VIS, USA).

Los experimentos de aplicación de ultrasonido se realizaron de la siguiente

manera: Inicialmente 150 g de mora fresca se ubicaron al interior de una canastilla fabricada con malla fina, mientras que un beaker de 2000 mL se llenó con 1576 mL de agua, según la proporción sugerida por Fernandes & Rodríguez (2007). El beaker cargado con agua se posicionó en el equipo de ultrasonido y se instalaron las mangueras de salida y de entrada del sistema de enfriamiento. Cuando la temperatura del experimento era menor a la ambiental, se encendió la bomba peristáltica con el fin de reducir la temperatura hasta la seleccionada y cuando la temperatura era mayor, el agua se precalentó en un baño maría. De manera simultánea, se reguló la potencia del equipo de ultrasonido hasta un valor previamente seleccionado. Una vez el

agua alcanzó la temperatura deseada, se sumergió la canastilla con el material vegetal en el líquido y se ubicó el sonotrodo en el interior del beaker, para así iniciar a la aplicación del ultrasonido por un tiempo previamente escogido. Con el fin de contrarrestar el calentamiento generado por la cavitación ultrasónica, el sistema de enfriamiento permaneció encendido en todo el proceso y la velocidad de giro de la bomba peristáltica se adaptó a la potencia del sonotrodo de acuerdo a resultados obtenidos en pruebas preliminares. Una vez cumplido el tiempo establecido, se apagó el equipo de ultrasonido.

En las pruebas de preservación de componentes antioxidantes, la mezcla agua - fruta se dejó durante 1 hora a las condiciones de temperatura ya establecidas. Al final se tomó una muestra de 3 g de la fruta y una muestra de 10 mL del extracto, las cuales se llevaron a refrigeración hasta su posterior análisis. Para las pruebas de secado convectivo, 110 g de muestra pretratada se cortaron en láminas rectangulares de dimensiones 13.5 × 8 × 0.5 mm y se sometieron a secado con aire caliente a una velocidad constante de 3 m/s y una humedad relativa

promedio de 65% por un período de 3 horas con intervalos de pesaje de 2.5 min.

## 2.3. Análisis de muestras

### 2.3.1. Determinación de la actividad antioxidante y la concentración de colorantes

La actividad antioxidante tanto de la mora como de los extractos se midió utilizando el ensayo de FRAP (Ferric reducing antioxidant power) (Benzie & Strain, 1996). Para el montaje de la técnica, se emplearon 900 µL del reactivo de FRAP, 30 µL de extracto de mora en etanol al 80% (relación 1 : 3) y 30 µL de agua destilada. El mismo procedimiento se llevó a cabo para los extractos tomando 30 µL de los extractos acuosos. La lectura de la absorbancia se realizó a una longitud de onda de 595 nm. La concentración de compuestos antioxidantes se reporta como micromoles equivalentes de Trolox (µmol ET) por cada gramo de fruta fresca o por cada litro de solución. El porcentaje de retención de compuestos antioxidantes en el fruto después del tratamiento con ultrasonido ( $R_A$ ) se calculó mediante la Ecuación 1:

$$R_A = \frac{A_f m_f}{A_f m_f + A_e V_e} \times 100 \quad (1)$$

Donde  $A_f$  es la concentración de compuestos antioxidantes en la mora después del tratamiento con ultrasonido,  $m_f$  es el peso de mora utilizado en cada experimento,  $A_e$  es la concentración de compuestos antioxidantes en el extracto y  $V_e$  es el volumen de extracto obtenido.

Con el fin de cuantificar la extracción de los colorantes de la mora, se construyó una curva de calibración que correlaciona la absorbancia de varias muestras de concentración de colorantes conocidos. Para tal efecto, se tomaron 130.6 g de mora y se mezclaron con 390.2 g de etanol al 80% y se dejaron en contacto durante 24 horas. Posteriormente la mezcla se filtró al vacío en un erlenmeyer con salida lateral y el filtrado se llevó a rotaevaporar hasta obtener el extracto concentrado. A partir de este, se hicieron soluciones de diferentes concentraciones mediante diluciones sucesivas. A cada una de ellas, se leyó por duplicado la absorbancia a 593 nm en un espectrofotómetro. Al final se obtuvo una curva de calibración que relaciona la absorbancia con la concentración de colorantes, la cual se reporta como gramos de colorantes por cada litro de solución (g/L).

### **2.3.2. Modelado matemático de curvas de secado**

Para las pruebas de secado convectivo, se decidió emplear como variable un parámetro en un modelo matemático que representara

cuantitativamente la velocidad de pérdida de humedad. En general, los modelos de secado en capa delgada que describen la variación del peso de una muestra con respecto al tiempo cuando se somete a un proceso de secado se distinguen en teóricos y empíricos ([Sharaf-Eldeen, et al., 1979](#)). La principal diferencia entre estos modelos de secado es que los primeros sugieren que el transporte de humedad está controlado principalmente por mecanismos de resistencia interna, mientras que el último modelo considera únicamente la resistencia externa ([Babalisa, et al., 2006](#))

Desde un punto de vista macroscópico, la ecuación básica más utilizada para describir el secado en capa delgada es similar a la ley de enfriamiento de Newton, incorporando un coeficiente global de transferencia de masa ( $k$ ) para caracterizar el efecto combinado de los fenómenos existentes. Este modelo ([Lewis, 1921](#)) tiene la forma general dada en la Ecuación 2:

$$\frac{dM}{dt} = -k(M - M_{eq}) \quad (2)$$

donde  $M$  es el contenido de humedad global (g H<sub>2</sub>O/g sólido seco),  $M_{eq}$  es la humedad de equilibrio que puede alcanzar el alimento a las condiciones de secado y  $t$  es el tiempo de secado (min). La solución de la Ecuación 2 se obtiene por integración:

$$M_R = \frac{M(t) - M_{eq}}{M_0 - M_{eq}} = \exp(-kt) \quad (3)$$

siendo  $M_R$  la relación de humedad, la cual se define como la forma adimensional del contenido de humedad de las muestras. Esta relación determina el cambio de humedad que no se ha logrado, es decir, relaciona el contenido de agua libre que se debe remover en el tiempo  $t$  sobre el contenido inicial de la misma. Cuando la humedad de equilibrio alcanza valores pequeños respecto a la humedad inicial generalmente el término  $M_{eq}$  se desprecia, simplificando la Ecuación 3 así:

$$M_R = \frac{M(t)}{M_0} = \exp(-kt) = \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (4)$$

donde  $\tau$  puede interpretarse como un tiempo característico del proceso de secado. Al encontrarse en el denominador, un valor bajo de  $\tau$  indica una alta velocidad de secado y viceversa. De igual manera, una expresión similar se puede obtener al solucionar la segunda ley de Fick para una geometría de capa delgada de espesor  $L$  (Crank, 1975; Ramesh, et al., 2001):

$$\frac{M(t)}{M_0} = \frac{6}{\pi^2} - \exp\left(-\frac{\pi^2 D_e t}{L^2}\right) \quad (5)$$

Al comparar los términos exponenciales de las Ecuaciones 4 y 5, se puede concluir que:

$$D_e = \frac{L^2}{\pi^2 \tau} \quad (6)$$

Así pues, el tiempo característico de secado ( $\tau$ ) representa una medida indirecta de la difusividad efectiva del agua al interior del alimento sólido durante el proceso de secado ( $D_e$ ). Una gráfica de  $\ln [ M (t) /M_0]$  vs.  $t$ , debería coincidir con una recta de pendiente igual a  $1/\tau$ . Así pues, para cada experimento se tomó el tiempo característico como medida de la velocidad de secado.

## 2.4. Diseño Experimental y Análisis Estadístico

Para establecer el efecto de las condiciones de operación sobre la retención de compuestos antioxidantes, los experimentos se realizaron de acuerdo a un diseño tipo central compuesto (CCD) (Box & Wilson, 1951), el cual consta de dos bloques: uno conformado por los puntos factoriales y 5 repeticiones en el punto central y otro conformado por los puntos estrella y dos repeticiones adicionales en el punto central. Así, el primer factor consta de 13 experimentos, mientras que el segundo de 8. Al interior de cada bloque, los experimentos se desarrollaron de manera aleatoria.

Como variables en el diseño se consideraron: la potencia del ultrasonido ( $P_r$  : 52.5, 115 y 117.5 W), la temperatura ( $T_r$  : 20, 30 y 40 °C) y el tiempo de aplicación del ultrasonido ( $t_r$  : 10, 20 y 30 minutos). Como variables de respuesta se escogieron el porcentaje de retención de compuestos funcionales (RA) y la concentración de colorantes en los extractos ( $C_e$ ). Las condiciones experimentales dadas por este tipo de diseño, se exponen en la Tabla 1, donde se muestra la condición de la variable en su estado natural y en su estado codificado de acuerdo a las siguientes expresiones:

$$x_{R1} = \frac{P_r - 115}{62.5} \quad x_{R2} = \frac{T_r - 30}{10} \quad x_{R3} = \frac{t_r - 20}{10} \quad (7)$$

Por su parte, los experimentos relacionados con el secado se realizaron de acuerdo a un diseño de experimentos tipo Box-Behnken (Box & Behnken, 1960) cuya variable de respuesta corresponde al tiempo característico de secado con aire caliente de cada una de las muestras ( $\tau$ ), mientras que los factores experimentales

fueron la temperatura del aire de secado ( $T_s$  : 40, 50 y 60 °C), la potencia de ultrasonido ( $P_s$  : 0, 115 y 230 W) y el tiempo de sonicación ( $t_s$  :10, 20 y 30 min). La escogencia de estas variables estuvo supeditada a los resultados obtenidos en las pruebas de retención. Se consideraron

Tabla 1. Diseño experimental CCD y resultados para los experimentos de retención de compuestos antioxidantes.  $P_r$  : Potencia de ultrasonido (W),  $T_r$  : Temperatura ( °C),  $t_r$  : tiempo de aplicación (min),  $R_A$  : Porcentaje de retención de compuestos antioxidantes,  $C_e$  : Concentración de colorantes (g/L).

Código	Variables						Respuesta	
	Naturales			Codificadas				
	$P_r$	$T_r$	$t_r$	$x_{r1}$	$x_{r2}$	$x_{r3}$	$R_A$	$C_e$
E01	52.5	20	10	-1	-1	-1	52.77	0.912
E02	52.5	20	30	-1	-1	1	45.96	0.428
E03	52.5	40	10	-1	1	-1	40.34	0.895
E04	52.5	40	30	-1	1	1	55.41	0.352
E05	115	30	20	0	0	0	54.31	0.574
E06	115	30	20	0	0	0	45.29	0.582
E07	115	30	20	0	0	0	38.66	0.633
E08	115	30	20	0	0	0	53.67	0.567
E09	115	30	20	0	0	0	52.26	0.565
E10	177.5	20	10	1	-1	-1	57.74	0.382
E11	177.5	20	30	1	-1	1	52.05	0.910
E12	177.5	40	10	1	1	-1	39.38	0.579
E13	177.5	40	30	1	1	1	41.94	1.120
E14	0	30	20	-1.84	0	0	35.05	0.265
E15	115	10	20	0	-1.84	0	47.23	0.447
E16	115	30	1.6	0	0	-1.84	42.18	0.282
E17	115	30	20	0	0	0	34.48	0.590
E18	115	30	20	0	0	0	39.66	0.404
E19	115	30	38.4	0	0	1.84	47.95	0.437
E20	115	48	20	0	1.84	0	34.15	0.999
E21	230	30	20	1.84	0	0	40.28	0.968

seis (6) repeticiones en el punto central con el fin de cuantificar el error experimental y en total se realizaron 18 experimentos, los cuales se ejecutaron aleatoriamente con el fin de contrarrestar el efecto de variables ocultas. En la Tabla 2

se muestran estos factores experimentales junto con los puntos centrales del diseño en su forma natural como codificada, valores que se obtuvieron al aplicar las siguientes ecuaciones:

$$x_{S1} = \frac{P_s - 115}{115} \quad x_{S2} = \frac{T_s - 50}{10} \quad x_{S3} = \frac{t_s - 20}{10} \quad (8)$$

Tanto para las pruebas de retención como para las de secado, los valores experimentales de las variables de respuesta se ajustaron mediante un polinomio de segundo orden de la forma:

$$y_i = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3 + a_7x_1^2 + a_8x_2^2 + a_9x_3^2 \quad (9)$$

donde  $y_i$  es la variable de respuesta,  $a_0$  es el intercepto;  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  son los coeficientes lineales;  $a_4$ ,  $a_5$ ,  $a_6$  son los factores que representan la interacción entre las variables y  $a_7$ ,  $a_8$ ,  $a_9$  son los

coeficientes cuadráticos. Mediante este polinomio, se establecieron condiciones tales que maximicen o minimicen las variables de respuesta. Todos los análisis estadísticos se realizaron con el software R (2011).

Tabla 2. Diseño experimental Box-Behnken y resultados para los experimentos de secado con aire caliente

Código	Variables								
	Naturales			Codificadas			Respuesta		
	$P_s$ (W)	$t_s$ (min)	$T_s$ (°C)	$x_{s1}$	$x_{s2}$	$x_{s3}$	$\tau$ (min)	$D_e \times 10^9$ (m <sup>2</sup> /min)	$R_A$ (%)
S01	0	10	50	-1	-1	0	405.2	6.25	99.7
S02	0	20	40	-1	0	-1	512.3	4.94	99.1
S03	0	20	60	-1	0	1	144.9	17.5	98.8
S04	0	30	50	-1	1	0	410.4	6.17	98.7
S05	115	10	40	0	-1	-1	225.3	11.2	94.6
S06	115	10	60	0	-1	1	214.5	11.8	97.3
S07	115	20	50	0	0	0	225.9	11.2	93.9
S08	115	20	50	0	0	0	221.6	11.4	94.7
S09	115	20	50	0	0	0	254.4	9.96	94.0
S10	115	20	50	0	0	0	224.3	11.3	94.6
S11	115	20	50	0	0	0	181.1	14.0	93.3
S12	115	20	50	0	0	0	220.4	11.5	94.5
S13	115	30	40	0	1	-1	270.8	9.35	93.6
S14	115	30	60	0	1	1	109.7	23.1	87.3
S15	230	10	50	1	-1	0	186.0	13.6	87.9
S16	230	20	40	1	0	-1	159.4	15.9	85.1
S17	230	20	60	1	0	1	97.71	25.9	81.6
S18	230	30	50	1	1	0	110.3	23.0	79.3

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Caracterización de la materia prima

La humedad de la mora fresca fue del  $82 \pm 0.3\%$  (base húmeda) y su actividad antioxidante igual a  $1038.42 \mu\text{mol ET/L}$ , valores cercanos a lo reportado en la literatura: Humedad  $82.5 \pm 0.5\%$  (Mertz, et al., 2007) y actividad antioxidante de  $930 \mu\text{mol/L}$  (Rodríguez, et al., 2010)

#### 3.2. Pruebas de retención de compuestos antioxidantes

En la Tabla 1 se muestran los resultados experimentales obtenidos para las variables de respuesta en cada punto del diseño experimental en las pruebas de retención. Si se consideran únicamente los puntos centrales, las variables de respuesta presentan dispersiones menores al 15%, lo cual es un indicativo de una buena repetitibilidad en los experimentos. En términos generales, se observa que no existe una relación directa entre las variables de respuesta seleccionadas. La mayor retención de componentes antioxidantes en el fruto (57.7%, Experimento E10) se obtuvo a una potencia de sonicación de 177.5 W y a 20 °C, cuando el ultrasonido se aplicó por 10 min, mientras que la mayor concentración de colorantes en el extracto (1.120 g/L, Experimento E13) se consiguió a la misma potencia pero cuando se utilizó el ultrasonido por 30 min a 40 °C. De igual manera, la menor retención (34.15%, Experimento E20) se obtuvo a unas condiciones diferentes a las empleadas en aquella donde se obtuvo la menor

concentración de colorantes (0.265 g/L, Experimento E14).

Los datos experimentales presentados se ajustaron al modelo de segundo orden dado por la Ecuación 9, estimándose así los coeficientes que se muestran en la Tabla 3 donde se resaltan aquellos que tuvieron una significancia estadística mayor al 95%. En esta tabla también se muestran los parámetros estadísticos que se calcularon con el fin de medir la bondad del ajuste de cada modelo. Los valores del parámetro estadístico p indican que las regresiones resultaron ser estadísticamente significativas, contrario a lo que ocurre con el parámetro falta de ajuste. El coeficiente de determinación  $R^2$  en todos los casos alcanza un valor aceptable ( $R^2 > 0.75$ ), siendo el mejor el correspondiente a la concentración

Tabla 3. Coeficientes del modelo de segundo orden (Ecuación 9) para cada variable de respuesta y parámetros estadísticos en los experimentos de retención de compuestos antioxidantes

Coeficiente	Factor	$R_A$ (%)	$C_c$ (g/L)
$a_0$	Intercepto	56.399 *	0.6824 *
$a_1$	$x_{R1}$	0.4176	0.1149 *
$a_2$	$x_{R2}$	-3.7711 *	0.0900 *
$a_3$	$x_{R3}$	1.0745	0.0222
$a_4$	$x_{R1} x_{R2}$	-3.1750	0.0625
$a_5$	$x_{R1} x_{R3}$	-1.4250	0.2620 *
$a_6$	$x_{R2} x_{R3}$	3.7500	-0.0058
$a_7$	$x_{R1}^2$	-0.6965	0.0541
$a_8$	$x_{R2}^2$	0.1748	0.0856 *
$a_9$	$x_{R3}^2$	1.4892	-0.0218
$R^2$		0.7672	0.8564
p-value		0.0367	0.0046
Pérdida de ajuste		0.8848	0.2022

(\*) Significativo a  $p < 0.05$

de colorantes en el extracto. Si bien los modelos no tuvieron un buen grado de ajuste, se emplearán como guía para determinar el efecto de las variables lo cual es el objetivo general de este estudio.

Para el porcentaje de retención únicamente resulta ser significativo el efecto lineal de la temperatura, al menos en el rango de estudio. Por lo tanto, la retención de los compuestos funcionales está únicamente relacionada con factores que dependen de la temperatura, como por ejemplo la solubilidad. Puesto que el coeficiente es negativo, la relación entre la temperatura y la retención de compuestos funcionales es inversa, lo cual concuerda

con el hecho de que la solubilidad depende de manera directa con la temperatura. Ya que solamente uno de factores resultó ser Significativo, no es posible construir una superficie de respuesta para llegar a otras conclusiones.

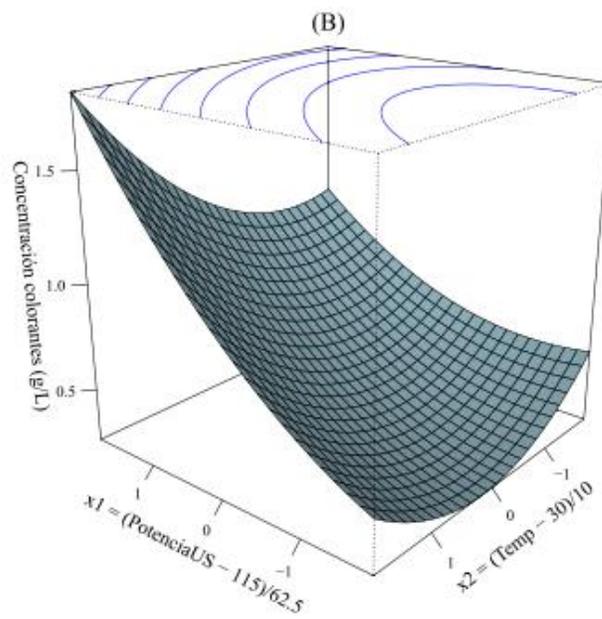
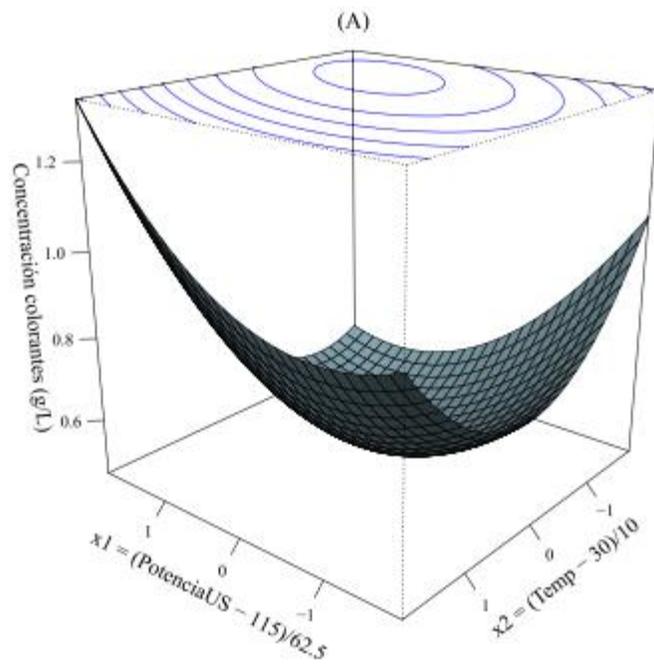
Respecto a la concentración de colorantes, fueron significativos los coeficientes lineales correspondientes a la potencia de ultrasonido y a la temperatura ( $a_1$  y  $a_3$ , respectivamente), el coeficiente de interacción entre la potencia y el tiempo ( $a_5$ ) y el coeficiente cuadrático relacionado con la temperatura ( $a_8$ ). Si se comparan los valores de los coeficientes lineales

significativos se puede observar que son de magnitud similar, por lo cual el efecto de la potencia y la temperatura es muy similar. A diferencia del porcentaje de retención, los parámetros relacionados con la aplicación de ultrasonido si tuvieron algún efecto sobre la concentración de colorantes.

Puesto que el ultrasonido afecta principalmente las capas más externas de las estructuras celulares de la fruta, podría pensarse que los colorantes se ubican en tales capas y que los compuestos responsables de la actividad antioxidante de la mora se ubican en estructuras al interior de las células.

En la Figura 2 se muestran las superficies de respuesta calculadas para la variable concentración de colorantes a partir del modelo estadístico para valores de  $x_{R3}$  de  $-0.5$  y  $+0.5$ . Se puede ver que a la mayor temperatura el efecto de la potencia sobre la concentración de colorantes es más pronunciado respecto al efecto a menores temperaturas. De igual manera, el efecto de la temperatura es mayor cuando se tiene la mayor potencia y viceversa. En cuanto al tiempo de ultrasonido, solamente es significativo cuando se combina con la variación de la potencia, pues a valores bajos del tiempo de ultrasonido ( $x_{R3} = -0.5$ ) la concentración de colorantes alcanza un valor mínimo a cualquier temperatura, mientras que a valores altos de tiempo ( $x_{R3} = +0.5$ ) el valor mínimo de concentración solo se logra a la menor potencia.

A partir de estos resultados, resulta evidente seleccionar una temperatura baja para lograr la mayor retención posible de compuesto funcionales para realizar el tratamiento con ultrasonido previo al secado, y por tal razón se decidió realizar los experimentos posteriores de secado a la menor temperatura que se podía operar en el equipo ( $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ )

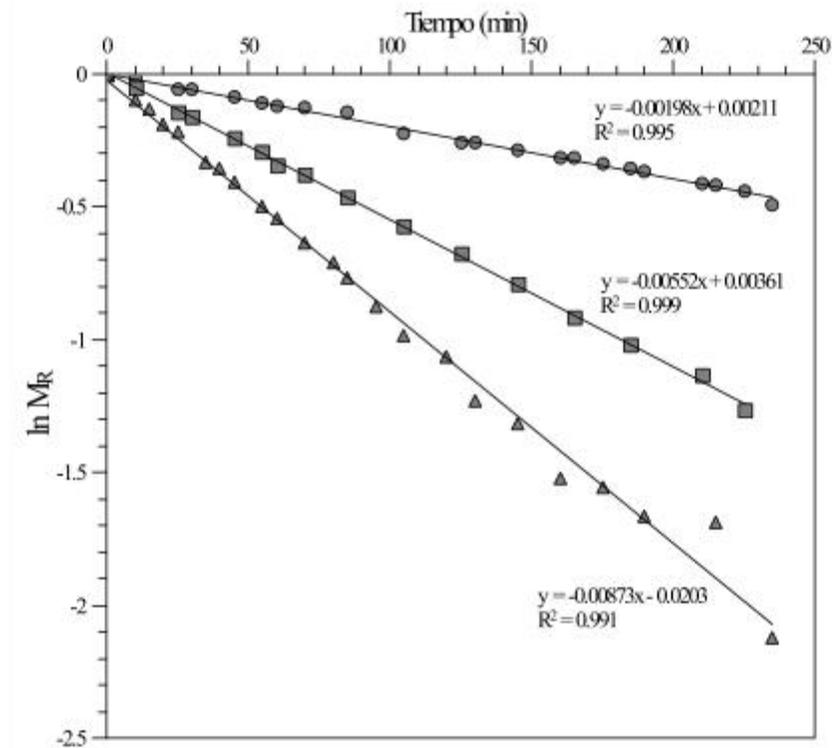


**Figura 2.** Superficie de respuesta calculada para la concentración de colorantes en las pruebas de retención. (A)  $x_{R3} = -0.5$ , (B)  $x_{R3} = 0.5$ .

### 3.3. Pruebas de secado convectivo

En la Figura 3 se muestra el resultado de correlacionar el modelo dado por la Ecuación 4 con los valores experimentales durante las pruebas de

secado con aire caliente. A pesar de las variadas condiciones experimentales, el modelo representa muy bien la variación de la humedad con el tiempo, siendo 0.993 el el menor valor del coeficiente de correlación  $R^2$  en las regresiones lineales.



**Figura 3.** Regresión de los datos experimentales de pérdida de peso vs. tiempo en las pruebas de secado con aire caliente. (○)  $P_s = 0$  W,  $t_s = 20$  min,  $T_s = 40$  °C; (□)  $P_s = 115$  W,  $t_s = 20$  min,  $T_s = 50$  °C; (△)  $P_s = 230$  W,  $t_s = 30$  min,  $T_s = 50$  °C

En la Tabla 2 se muestran los valores experimentales obtenidos para el tiempo característico de secado, al igual que el valor calculado de difusividad efectiva del agua en el sólido y el porcentaje de retención. Note que a la temperatura seleccionada con las pruebas de retención, el menor porcentaje de

retención fué cercano al 80%. El promedio del tiempo característico de secado en los puntos centrales del diseño experimental fue de  $221.28 \pm 23.42$  min, lo cual indica una buena repetitibilidad en la experimentación. El menor  $\tau$  se obtuvo en el pretratamiento a la mayor potencia (230 W), tiempo de sonicación de 20

minutos y a la mayor temperatura de secado (60 °C); entre tanto, el mayor  $\tau$  se registró en una condición en la que la muestra no se sometió a ultrasonido y posteriormente se secó con aire caliente a 40 °C.

La Tabla 4 muestra el análisis de varianza del ajuste de los datos experimentales a un modelo de segundo orden. El modelo muestra un buen ajuste a los datos experimentales, mostrando un valor del coeficiente de correlación mayor

a 0.9, un valor de  $p$  para la regresión menor al 1% y un parámetro de falta de ajuste no significativo. Los coeficientes que mayor significancia presentan son los coeficientes lineales relacionados con la potencia de ultrasonido ( $a_1$ ) y la temperatura de secado ( $a_3$ ), al igual que el factor de se relaciona con la interacción de estas variables ( $a_5$ ). Por el contrario, el tiempo de ultrasonido no presenta significancia estadística en el modelo.

**Tabla 4.** Coeficientes del modelo de segundo orden (Ecuación 9) para cada variable de respuesta y parámetros estadísticos en los experimentos de secado

Coeficiente	Factor	$\tau$ (min)
$a_0$	Intercepto	221.28 *
$a_1$	$x_{S1}$	-114.93 *
$a_2$	$x_{S2}$	-16.22
$a_3$	$x_{S3}$	-75.11 *
$a_4$	$x_{S1} x_{S2}$	-20.21
$a_5$	$x_{S1} x_{S3}$	76.43 *
$a_6$	$x_{S2} x_{S3}$	-37.59
$a_7$	$x_{S1}^2$	40.10
$a_8$	$x_{S2}^2$	16.60
$a_9$	$x_{S3}^2$	-32.79
$R^2$		0.9385
$p$ -value		0.0006
Pérdida de ajuste		0.3975

(\*) Significativo a  $p < 0.05$

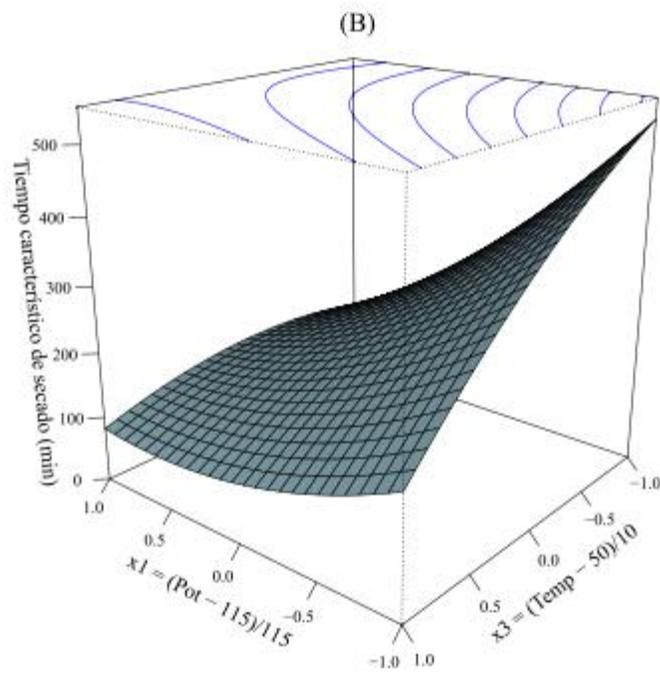
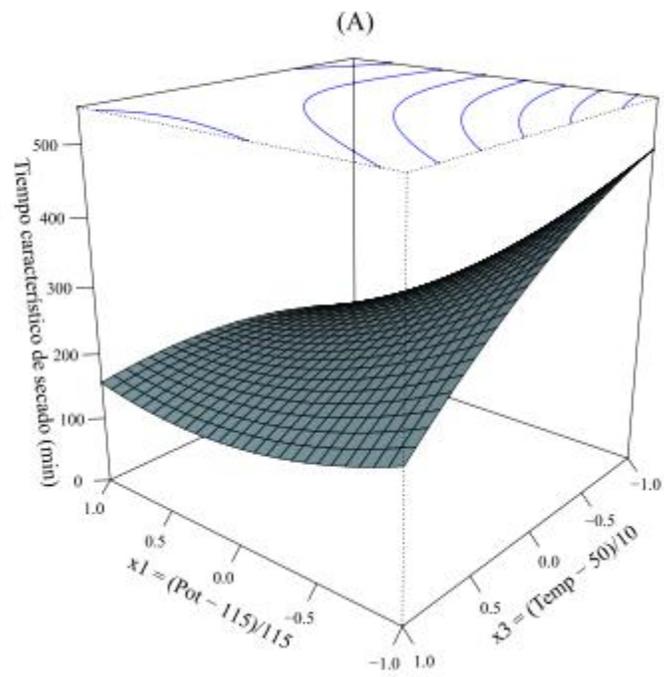
En la Figura 4 se muestran las superficies de respuesta calculadas con el modelo estadístico a valores de  $x_{S2}$  iguales a  $-0.5$  y  $+0.5$ . Observe que la variación del tiempo de ultrasonido no altera la manera como la potencia y la

temperatura influyen en el tiempo característico. Por el contrario, se observa que el efecto de la temperatura sobre el tiempo característico de secado es más notorio cuando no hay pretratamiento

( $x_{S1} = -1$ ), disminuyéndose a medida que la potencia de ultrasonido aumenta.

En la práctica cuando se aplica ultrasonido a una potencia alta, la temperatura del aire no tiene una gran influencia sobre la rapidez de secado pudiéndose escoger la menor para efectos de economía del proceso, compensando de alguna manera la pérdida de componentes termolábiles. Los cambios en la difusividad del agua en el sólido durante el periodo de secado convectivo con aire caliente se atribuyeron a la

modificación en la estructura de los tejidos de la mora al generarse un colapso de la pared celular de las membranas, facilitando la difusión de agua en la fruta (Stojanovic & Silva, 2007). Algunos investigadores reportaron que las ondas de ultrasonido producen una serie de efectos (microagitación, creación de canales microscópicos y cavitación de las moléculas de agua) que facilitan la remoción de la humedad y permiten que el proceso de secado se lleve a cabo a temperaturas menores

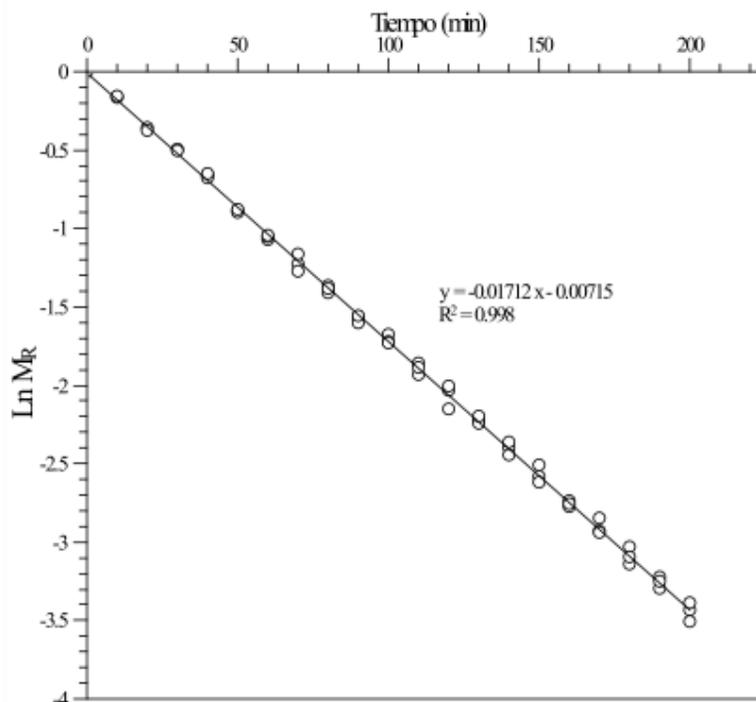


**Figura 4.** Superficie de respuesta calculada para el tiempo característico en las pruebas de secado con aire caliente. (A)  $x_{S2} = -0.5$ , (B)  $x_{S2} = 0.5$ .

a 60 °C, evitando una degradación significativa de los compuestos termolábiles del alimento (Soria & Villamiel, 2010). Estos efectos también se atribuyen al colapso simétrico de las burbujas generadas por la cavitación, donde se generan zonas de altas temperaturas y presiones en el medio, además de ondas de choque que tienen el potencial de crear turbulencia microscópica dentro de las películas interfaciales que rodean al alimento (Thompson & Doraiswamy, 1999). Este fenómeno incrementa la transferencia de masa a través de la película, lo cual se traduce en una mayor

difusión del agua contenida en el alimento hacia el medio.

Mediante optimización del modelo estadístico se encontró que en el rango de valores estudiado, el mínimo valor para el tiempo característico de secado (54.6 min) se obtenía a una potencia de 200 W, a una temperatura de 60 °C y a un tiempo de sonicación de 30 min. Dicho valor se comprobó mediante la realización de experimentos adicionales cuyos resultados se muestran en la Figura 5. El valor experimental de  $\tau$  fué de 58.4 min, un valor muy cercano al predicho.



**Figura 5.** Regresión de los datos experimentales de pérdida de peso vs. tiempo en las pruebas de secado con aire caliente a las condiciones óptimas predichas por el modelo.  $P_s = 200$  W,  $t_s = 30$  min,  $T_s = 60$  °C

#### 4. CONCLUSIONES

Se estudió la aplicación de ultrasonido como pretratamiento al secado convectivo de mora de castilla a través de la evaluación del efecto de esta tecnología sobre la calidad funcional del fruto y sobre la velocidad de secado convectivo.

En el primer caso, se evaluó el efecto de la potencia, la temperatura y el tiempo de aplicación sobre la retención de compuestos funcionales en el fruto y sobre la concentración de colorantes en el extracto obtenido. Basado en los resultados obtenidos se pudo determinar que no existe una relación directa entre la retención de compuestos funcionales y la concentración de colorantes en el extracto, por lo cual pueden existir además de las antocianinas otros compuestos responsables de dicha actividad. Se encontró que la única variable que presentó un efecto significativo sobre la retención fue la temperatura. Para el caso de la extracción de colorantes se pudo establecer que los factores que más afectan esta variable de respuesta fueron la potencia de ultrasonido y la temperatura. La máxima concentración de colorantes que se obtuvo experimentalmente fue de 1.12 g/L a las más altas condiciones experimentales estudiadas, lo cual concuerda con lo predicho por el modelo estadístico ajustado.

Posteriormente se estudió el efecto del pretratamiento con ultrasonido y de la temperatura del aire sobre la rapidez de

secado convectivo. Estadísticamente se encontró que las variables que más afectan la rapidez de secado son la potencia de ultrasonido y la temperatura del aire de secado. En el rango de experimentación, las condiciones que permitieron obtener la mayor velocidad de secado fueron una potencia de 200 W y una temperatura del aire de 60 °C a un tiempo de sonicación de 30 minutos, valor que se comprobó experimentalmente con éxito.

En general, el pretratamiento con ultrasonido tiene un efecto importante sobre el comportamiento del fruto durante el proceso de secado. El hecho de que durante la aplicación de ultrasonido, la pérdida de compuestos funcionales hacia el agua se pueda controlar a través de la temperatura de aplicación permite que la disminución en la cantidad de este tipo de compuestos durante el secado sea menor, permitiendo así obtener productos deshidratados de mayor calidad funcional.

#### 5. Referencias

Babalisa, S.J., Papanicolaou, E., Kyriakis, N., Belessiotis, V.G. (2006). Evaluation of thin-layer drying models for describing drying kinetics of figs (*Ficus carica*). *Journal of Food Engineering*, **75** (2), 205-214.

Box, G.E.P., Behnken, D.W. (1960). Some new three levels designs for study of quantitative variables. *Technometrics*, **2**, 455

Box, G.E.P., Wilson, K.B. (1951). On the experimental attainment of optimum

conditions. *Journal of the Royal Statistical Society, Series B.*, **13**, 1 - 45.

Benzie, I.F., Strain, J.J., (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of antioxidant power: the FRAP assay. *Analytical biochemistry*, **239** (1), 70 - 76.

Chemat, F., Human, Z., Khan, M. (2011). Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, **18**. 813-835.

Crank, J., (1975). *Mathematics of diffusion*. 2<sup>nd</sup> Ed. London: Oxford University Press.

Fuente S., Riera, E., Acosta, V.M., Blanco, A., Gallego, J.A. (2006). Food drying process by power ultrasound. *Ultrasonics*, **44** Suppl 1:e 523-527.

Fernandes, F.A., Rodrigues, S. (2007). Ultrasound as pre-treatment for drying of fruits: Dehydration of banana. *Journal of Food Engineering*, **82** (2), 261-267.

Franco, G., Giraldo, M. (2002). *El Cultivo de la mora*. 5<sup>o</sup> Edición corregida. Manual de Asistencia Técnica. CORPOICA, Federación Nacional de Cafeteros de Colombia, SENA, Comité Técnico Agropecuario de Risaralda, UMATA. Risaralda. 81p.

Garzón, F. (2008). *Diseño, Montaje y puesta en marcha de un secador por lotes automático de bandejas por aire caliente*. Tesis de pregrado. Bogotá, D.C.

Universidad Jorge Tadeo Lozano, Programa de Ingeniería de Alimentos.

Lewis, W.K., (1921). The rate of drying of solid materials. *Industrial Engineering Chemistry*, **13**, 427–432.

Menrad, K. (2003). Market and marketing of functional food in Europe. *Journal of Food Engineering*, **56**, 181 – 188.

Mertz, C., Cheynier, V., Günata, Z., Brat, P. (2007). Analysis of phenolic compounds in two blackberry species (*Rubus glaucus* and *Rubus adenotrichus*) by high-performance liquid chromatography with diode array detection and electrospray ion trap mass spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **55** (21), 8616 - 8624.

Porto, C.D., Decorti, D., Kikic, I. (2009). Flavour compounds of *Lavandula angustifolia* L. to use in food manufacturing: comparison of three different extraction methods, *Food Chemistry*, **112**.1072–1078

Ramesh, M.N., Wolf, W., Tevini, D., Jung G. (2001). Influence of processing parameters on the drying spice paprika. *Journal of Food Engineering*, **49**, 63-72.

Rodríguez, L., López, L., García, M. (2010). Determinación de la composición química y actividad antioxidante en distintos estados de madurez de frutas de consumo habitual en Colombia: Mora (*Rubus glaucus* B.), Maracuyá (*Passiflora edulis* S.), Guayaba (*Psidium guajava* L.) y Papayuela ( *Carica* c.9).

Salazar, J., Chávez, J.A., Turí, A., García-Hernández, M.J. (2009). Effect of Ultrasound on Food Processing. En: Ahmed, J., Ramaswamy, H.S., Kasapis, S. & Boye, J.I. (Editores) Novel Food Processing. Effects on Rheological and Functional Properties. CRC Press. 65–84p.

Sharaf-Eldeen, Y. I., Hamdy, M.Y., Blaisdell, J.L. (1979). Falling rate drying of fully exposed biological materials: A review of mathematical models. ASAE Paper No. 79-6522. ASAE, St. Joseph, MI.

Siró, E., Kápolna, I., Kápolna, B., Lugasi, A. (2008). Functional food: Product development, marketing and consumer acceptance – A review. *Appetite*, **51**, 456 – 467.

Soria, A.C., Villamiel, M. (2010). Effect of ultrasound on the technological properties a bioactivity of food: a review. *Trends in Food Science & Technology*, **21** (7): 323-331.

Stojanovic, J., Silva, J. (2007). Influence of osmotic concentration, continuous high frequency ultrasound and dehydration on antioxidants, colour and chemical properties of rabbiteye blueberries. *Food Chemistry*, **101** (3): .898-906.

Thompson, L.H., Doraiswamy, L.K. (1999). Sonochemistry: Science and Engineering. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **38** (4):.1215-1249.

Vaillant, F.. (2010). Tropical highland blackberry has potential as functional food ingredient. *Emerging Food R&D Report*. June.

Vilkhu, K., Mawson, R., Simons, L. Bates, D. (2008). Applications and opportunities for ultrasound assisted extraction in the food industry – A review. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, **9**,. 161-169.

Vinatoru, M. (2001). An overview of the ultrasonically assisted extraction of bioactive principles from herbs. *Ultrasonics Sonochemistry*, **8**, pp. 303–313.

### **Agradecimientos**

Los autores expresan su agradecimiento a Ligia Rodríguez P. por su asesoría durante el montaje de las técnicas analíticas y al Programa de Ingeniería de Alimentos de la Universidad Jorge Tadeo Lozano por su apoyo económico.