

Microencapsulación de Polifenoles a partir de residuos del Café**Microencapsulation of Polyphenols from Coffee waste**

Quispe Solano, M.⁽¹⁾, Espinoza Silva, C.⁽¹⁾, Corilla Flores, D.⁽¹⁾, Manyari Cervantes, G.⁽²⁾, Flores Ramos, O.⁽³⁾

⁽¹⁾Facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias, Universidad Nacional del Centro del Perú

⁽²⁾Escuela Profesional de Enfermería Facultad de Ciencias de la Salud

⁽³⁾ Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional del Centro del Perú

E-mail: quispe_miguelangel@hotmail.com

Resumen: La presente investigación tiene como objetivo extraer y microencapsular polifenoles a partir de los residuos de café (*Coffea Arábica* L.) de la variedad Caturra provenientes de la provincia de Chanchamayo asistidas por energías ultrasónicas (extracción sólido-líquido), utilizando la metodología de superficie de respuesta (RSM) con la finalidad de buscar la optimización, usando en la extracción 17 experimentos en donde la concentración de solvente (%v/v) varía de (50 a 60)%, la frecuencia de (90 a 100)% y el tiempo de aplicación de (8 a 10) min. Se determinó la cantidad de fenoles totales mediante el método de Folin Ciocalteu obteniendo en el tratamiento óptimo un valor de 41,1646 mg AGE/ g muestra seca. Así como también su actividad antioxidante por DPPH y ABTS, donde reportaron valores de: 57,0163 mg Trolox/ g muestra seca y 46,8562 mg Trolox/ g muestra seca, respectivamente.

A este tratamiento se realizó la microencapsulación utilizando la misma metodología usando 13 experimentos donde la temperatura de secado varía de (120 a 150)°C, la concentración de maltodextrina (10 DE) entre (7 y 10)%. De igual forma que en la extracción se cuantificó su contenido de fenoles totales y su actividad antioxidante por DPPH y ABTS, para inferir que el tratamiento óptimo tiene mayor capacidad de retención de polifenoles. Reportando los siguientes valores: 30,3188 mg AGE/ g muestra seca; 17,5810 mg Trolox/ g muestra seca y 15,3850 mg Trolox/ g muestra seca, respectivamente.

Palabras clave: Ultrasonido, optimización, polifenoles, actividad antioxidante

Resumen: The present research aims to extract and microencapsulate polyphenols from coffee residues (*Coffea Arábica* L.) of the Caturra variety from the province of Chanchamayo assisted by ultrasonic energy (solid-liquid extraction), using the response surface methodology (RSM) in order to seek optimization, using in the extraction 17 experiments where the concentration of solvent (%v/v) varies from (50 to 60) %, the frequency from (90 to 100) % and application time from (8 to 10) min. The quantity of total phenols was determined by Folin Ciocalteu's method obtaining in the optimal treatment a value of 41,1646 mg AGE/g dry sample. As well as its antioxidant activity by DPPH and ABTS, where they reported values of: 57,0163 mg Trolox/g dry sample and 46,8562 mg Trolox/g dry sample, respectively.

For this treatment, microencapsulation was performed using the same methodology using 13 experiments where the drying temperature varies from (120 to 150) °C, the concentration of maltodextrin (10 DE) between (7 and 10) %. In the same way that in the extraction its content of total phenols and its antioxidant activity was quantified by DPPH and ABTS, to infer that the optimal treatment has greater capacity of retention of polyphenols. Reporting the following values: 30,3188 mg AGE/g dry sample; 17,5810 mg Trolox/g dry sample and 15,3850 mg Trolox/g dry sample, respectively

Key words: Ultrasound, optimization, polyphenols, antioxidant activity.

1. Introducción

La industria del café (*Coffea Arábica L.*) elimina residuos que deben transformarse a fin de generar su valorización y aminorar el impacto en el medio ambiente, además de ser una fuente promisoría de sustancias químicas, funcionales y bioactivas, donde se han identificado ácido clorogénico, isoclorogénico y feruloiquinico que son valorados por su potencial biológico (Li et al., 2015).

Un importante bioactivo en este tipo de residuos son los fenoles totales que dan lugar a un gran número de investigaciones en los últimos años debido a su rápida degradación al no contar con las tecnologías adecuadas para su sostenibilidad, (Vandamme, et. al., 2007). Así mismo para poder realizar su extracción se han utilizado numerosos métodos entre ellas solventes, quien se ha visto mejorado en función de su concentración debido al uso de una tecnología emergente llamada ultrasonido, ya que es de fácil manejo, segura, innovadora y sustentable, (Vieira, et. al, 2013).

Debido a esto Sosa, et. al., (2011). Nos menciona que el mejor método para poder preservar las propiedades funcionales de los bioactivos entre ellas los fenoles totales es la microencapsulación que utiliza un agente acarreador que ayuda a la formación microcápsulas para su posterior investigación. Es por ello que se plantea el siguiente objetivo:

Determinar los parámetros óptimos en la extracción y microencapsulación de los compuestos fenólicos asistida con ultrasonidos contenidos en los residuos de la industria del café (*Coffea arabica L.*).

2. MATERIALES Y METODOS

Materiales

Las muestras de residuos de café (*Coffea arabica L.*) se obtuvieron de la empresa "Café orgánico" de la provincia de La merced. Ac. Gálico (398225), Carbonato de sodio (613757), Folin- Ciocalteu (F9252), 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) (D913-2), Metanol (322415), Ácido 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcroman-2-carboxílico (Trolox) (238813), 2,2-azino-bis(3-etilbenzotiazolin-6-sufónico) (ABTS) (A1888-1), Persulfato potásico (216224). Se obtuvieron de Sigma-Aldrich, Lima.

Metodología (Diseño compuesto central CCD)

Es un diseño que se utiliza para lograr un máximo de información sobre un proceso a partir de un número mínimo de experimentos, comparado con otros diseños, proporciona una mejor predicción (Yang, Liu, & Gao, 2009; Zolgharnein, Shahmoradi, & Ghasemi, 2013). Se utilizó este diseño para determinar las condiciones óptimas de extracción y estudiar el efecto de tres variables; Amplitud (90-100) %, etanol (50-60) % y tiempo de extracción (8-10) min en tres respuestas; contenido de polifenoles totales (mg

AGE/g muestra), la actividad de eliminación de radicales DPPH (mg Trolox/g muestra), y capacidad antioxidante equivalente en trolox (TEAC) (mg Trolox/g muestra), con ayuda del software Design Expert 7.0, la cual reportó 17 recorridos experimentales incluyendo 8 puntos factoriales, 6 puntos axiales y 5 puntos centrales que se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Combinación de factores etanol, frecuencia y tiempo para determinar fenoles totales, capacidad antioxidantes por DPPH y ABTS en los extractos.

N°	Factores		
	Etanol (%)	Frecuencia (%)	Tiempo (min)
1	50	90	8
2	55	95	9
3	55	95	9
4	60	95	9
5	55	95	8
6	50	100	10
7	55	95	10
8	50	90	10
9	60	100	8
10	55	90	9
11	50	95	9
12	55	100	9
13	60	100	10
14	60	90	8
15	60	90	10
16	55	95	9
17	50	100	8

Así mismo el tratamiento que reporto mayor cantidad de fenoles fue utilizado para poder determinar quién tiene mayor capacidad de retención de polifenoles en la microencapsulación en función de 2 variables temperatura (120-150) °C y concentración de maltodextrina (7-10) % en tres respuestas; contenido de polifenoles totales (mg AGE/g muestra), la actividad de eliminación de radicales DPPH (mg Trolox/g muestra), y capacidad antioxidante equivalente en trolox (TEAC) (mg Trolox/g muestra), con ayuda del mismo software, donde reportó 13 recorridos experimentales, que se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Combinación de factores temperatura y concentración de maltodextrina para determinar fenoles totales, capacidad antioxidantes por DPPH y ABTS.

N°	Factores	
	Temperatura (°C)	Concentración (%)
1	135	8,50
2	135	8,50
3	135	8,50
4	150	8,50
5	135	8,50
6	150	7,00
7	120	10,00
8	120	8,50
9	135	7,00
10	150	10,00
11	135	8,50
12	135	10,00
13	120	7,00

Extracción asistida por ultrasonido (EAU).

Las EAU se realizaron con ayuda de un ultrasónico Hielscher (UP100H, 100W, 30 kHz). Los residuos secos de café son molidas y pulverizadas las cuales se mezclaron con una solución de agua: etanol (50-60% v/v); en una proporción de 1:10 (residuos trituradas/solución); éstos son colocados en frascos cubiertos de la luz. Los frascos fueron sometidos a ultrasonido de acuerdo a las condiciones establecidas por el diseño superficie respuesta. Luego Centrifugado a 4000 rpm por 15 min, Filtrados con papel whatman N° 1 y presión de vacío 100 - 200 mbar. Concentrado al vacío: El extracto fue transferido al balón de evaporación por 10 - 15 min. Para luego ser almacenadas a - 5 °C.

Determinación de compuestos fenólicos totales (TPC).

El contenido de fenoles totales se determinó utilizando el método de Folin-Ciocalteu ligeramente modificado, según el método descrito por Singleton & Rossi, (1965). La cual fue determinada por espectrofotometría a una longitud de onda de 755 nm utilizando el espectrofotómetro UV-VIS (Hitachi U-2001, Japón). El contenido de TPC se calculó utilizando una curva estándar preparada a partir de las soluciones acuosas de ácido gálico (0,1-1 mg/mL) y expresada en mg de equivalente de ácido gálico (GAE)/g de muestra.

Actividad de eliminación de radicales DPPH.

La actividad antioxidante se determinó por el método recomendado por Brand-Williams, Cuvelier, & Berset, (1995), utilizando el ensayo del radical 2,2-difenil- El 1-picrilhidrazilo (DPPH). La solución radical de DPPH fue preparado con 80% de etanol y 20% de agua destilada. La cuantificación se realizó utilizando una curva estándar trolox (0,1 e 0,8 mM) y los datos se expresaron en la capacidad antioxidante equivalente de mM trolox (TE).

Capacidad antioxidante equivalente en Trolox (TEAC).

La actividad equivalente en Trolox por ABTS se llevó a cabo de acuerdo con la metodología descrita por Rice-Evans, Miller, & Paganga, (1996). La absorbancia se midió a 734 nm, utilizando un espectrofotómetro (Jenway 6705 UV/Vis). La actividad antioxidante se calculó utilizando una curva estándar preparada con Trolox (0,05-0,35 mg/mL) y

expresada en uM de equivalente de Trolox (TE)/g de muestra.

Análisis estadístico.

El análisis estadístico se realizó utilizando un software 7.0. Trial de Design Expert Statistical. Los resultados experimentales del diseño se analizaron mediante análisis de regresión múltiple a través del método de mínimos cuadrados. Se llevó a cabo el análisis de varianza (ANOVA). Todos los términos del modelo se probaron y verificaron estadísticamente en los niveles de probabilidad ($p \leq 0,05$). La adecuación de los modelos desarrollados se probó realizando el coeficiente de determinación (R^2), el coeficiente de determinación ajustado ($R^2_{ajustado}$) y el coeficiente de determinación predicho ($R^2_{predicho}$). Después de ajustar los modelos, se construyeron gráficos de contorno para predecir la relación entre las variables independientes y las dependientes.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Análisis estadístico

En el presente trabajo de investigación para la extracción se analizaron tres variables frecuencia (X_1), concentración de etanol (X_2) y tiempo de extracción (X_3) asistidas por ultrasonido para evaluar sus efectos sobre polifenoles totales (TPC), la actividad antioxidante por DPPH y ABTS. Mientras que para la microencapsulación se analizaron 2 variables temperatura (Y_1) y maltodextrina (Y_2). Los resultados se presentaron en la tabla 3 y 4 respectivamente, se pudo observar que en la extracción el TPC óptimo reportó un valor de 41,1646 mg GAE /g muestra, el ensayo DPPH en 57,0163 mM Trolox/g muestra y ABTS 46,8562 mM Trolox/g muestra. Mientras que en la microencapsulación el TPC óptimo reportó un valor de 30,3188 mg GAE /g muestra, el ensayo DPPH en 17,5810 mM Trolox/g muestra y ABTS 15,3850 mM Trolox/g muestra.

Tabla 3. Contenido de fenoles totales, y capacidad antioxidantes por DPPH y ABTS (a) En los extractos (b) En los polvos microencapsulados

Nº	Fenoles totales mg AGE/g muestra	Capacidad antioxidante por DPPH mM Trolox /g muestra	Capacidad antioxidante por ABTS mM Trolox /g muestra
1	27.0926 ± 0.11	33.8385 ± 0.10	27.0318 ± 0.88
2	40.6370 ± 0.57	56.7260 ± 1.67	45.5710 ± 0.88
3	40.2350 ± 1.97	55.9370 ± 0.00	46.4950 ± 0.00
4	37.0167 ± 0.20	49.8793 ± 0.29	44.1560 ± 0.88
5	38.2806 ± 0.57	52.1904 ± 0.62	42.7340 ± 5.07
6	31.7980 ± 0.00	34.9200 ± 0.17	35.2160 ± 0.29
7	38.3648 ± 0.57	53.1348 ± 0.17	43.9073 ± 0.51
8	32.2630 ± 0.15	42.5422 ± 0.10	36.2673 ± 0.00
9	39.6240 ± 0.00	45.5540 ± 0.29	33.3870 ± 0.51
10	37.9754 ± 0.57	50.7126 ± 0.17	43.0780 ± 1.47
11	32.4308 ± 0.00	42.8793 ± 0.27	34.7740 ± 5.07
12	40.3897 ± 1.14	48.2311 ± 0.29	37.1160 ± 0.88
13	37.5681 ± 0.00	42.3348 ± 1.67	31.3320 ± 0.00
14	32.1544 ± 1.14	43.2126 ± 0.29	35.8007 ± 1.52
15	32.7765 ± 0.98	44.6015 ± 0.17	36.6807 ± 1.01
16	41.1646 ± 0.00	57.0163 ± 0.00	46.8562 ± 0.00
17	28.8756 ± 0.98	31.2237 ± 0.17	30.5942 ± 0.51

(a)

Nº	Fenoles totales mg AGE/g muestra	Capacidad antioxidante por DPPH mg AGE/g muestra	Capacidad antioxidante por ABTS mg AGE/g muestra
1	24.4908 ± 0.13	15.0367 ± 0.08	13.0271 ± 0.03
2	24.2980 ± 0.14	14.8500 ± 0.03	12.6337 ± 0.05
3	24.4463 ± 0.20	15.4296 ± 0.00	13.2626 ± 0.00
4	25.2174 ± 0.19	15.1000 ± 0.28	13.1582 ± 0.05
5	24.4760 ± 0.14	15.2070 ± 0.14	13.0448 ± 0.05
6	27.4715 ± 0.31	12.2296 ± 0.11	10.0648 ± 0.27
7	25.0543 ± 0.16	17.5722 ± 0.17	15.2893 ± 0.46
8	25.9886 ± 0.03	14.3778 ± 0.11	12.1115 ± 0.53
9	28.5392 ± 0.09	12.0040 ± 0.24	10.0804 ± 0.03
10	24.2684 ± 0.25	16.9796 ± 0.02	14.5760 ± 0.11
11	24.4315 ± 0.19	14.7111 ± 0.05	12.5248 ± 0.03
12	24.1646 ± 0.16	17.5810 ± 0.03	15.3850 ± 0.00
13	30.3188 ± 0.19	13.3780 ± 0.13	11.1000 ± 0.00

(b)

El grado de significancia de las variables analizadas mediante un análisis de varianza (ANOVA) que se utilizó para verificar la adecuación y la adecuación de los modelos desarrollados y los resultados de ANOVA se proporcionan en la tabla 4, donde resumen los efectos de las variables y los valores de “p” asociados para las tres variables. A un nivel de confianza del 95%, un modelo se consideró significativo si el valor de $p < 0,05$.

Tabla 4. Análisis de varianza en la extracción y microencapsulación por el software Design Expert 7.0 (a.1 y a.2) Fenoles totales, (b.1 y b.2) actividad antioxidante por DPPH y (c.1 y c.2) actividad antioxidante por ABTS.

	Suma de cuadrados		Promedio	F	P	
Modelo	312.27	9	34.70	71.21	< 0.0001	Sig.
A-Solvente	71.18	1	71.18	146.09	< 0.0001	
B-Frecuencia	25.58	1	25.58	52.50	0.0002	
C-Tiempo	4.55	1	4.55	9.33	0.0185	
AB	14.97	1	14.97	30.72	0.0009	
AC	11.34	1	11.34	23.28	0.0019	
BC	3.03	1	3.03	6.23	0.0413	
A^2	72.63	1	72.63	149.07	< 0.0001	
B^2	1.50	1	1.50	3.08	0.1229	
C^2	6.93	1	6.93	14.21	0.0070	
Residual	3.41	7	0.49			
Ajuste	2.98	5	0.60	2.74	0.2888	
Error	0.43	2	0.22			
Total	315.68	16				

(a.1)

	Suma de cuadrados		Promedio	F	P	
Modelo	44,93	5	8,99	80,60	< 0,0001	*
A-Temperatura	3,23	1	3,23	29,00	0,0010	
B-Concentración	27,49	1	27,49	246,54	< 0,0001	
AB	1,06	1	1,06	9,53	0,0177	
A^2	1,83	1	1,83	16,39	0,0049	
B^2	6,74	1	6,74	60,46	0,0001	
Residual	0,78	7	0,11			
Ajuste	0,76	3	0,25	42,97	0,0017	
Error	0,023	4	5,872E-003			

(a.2)

	Suma de cuadrados		Promedio	F	P	
Modelo	991.20	9	110.13	85.98	< 0.0001	Sig.
A-Solvente	161.43	1	161.43	126.03	< 0.0001	
B-Frecuencia	15.99	1	15.99	12.48	0.0096	
C-Tiempo	13.26	1	13.26	10.35	0.0147	
AB	13.29	1	13.29	10.38	0.0146	
AC	25.31	1	25.31	19.76	0.0030	
BC	11.56	1	11.56	9.02	0.0198	
A^2	191.37	1	191.37	149.41	< 0.0001	
B^2	76.94	1	76.94	60.07	0.0001	
C^2	12.60	1	12.60	9.83	0.0165	
Residual	8.97	7	1.28			
Ajuste	8.34	5	1.67	5.35	0.1650	
Error	0.62	2	0.31			

(b.1)

	Suma de cuadrados		Promedio	F	P	
Modelo	35,40	5	7,08	27,70	0,0002	*
A-Temperatura	0,17	1	0,17	0,68	0,4378	
B-Concentración	35,14	1	35,14	137,52	<	
AB	0,077	1	0,077	0,30	0,5996	
A^2	0,00439	1	0,004394	0,017	0,8994	
B^2	0,000519	1	0,000519	0,002033	0,9653	
Residual	1,79	7	0,26			
Ajuste	1,47	3	0,49	6,03	0,0576	
Error	0,32	4	0,081			
Modelo	37,19	12				

(b.2)

	Suma de cuadrados		Promedio	F	P	
Modelo	560.63	9	62.29	12.04	0.0017	Sig.
A-Solvente	30.53	1	30.53	5.90	0.0455	
B-Frecuencia	12.57	1	12.57	2.43	0.1630	
C-Tiempo	19.20	1	19.20	3.71	0.0955	
AB	13.19	1	13.19	2.55	0.1543	
AC	28.25	1	28.25	5.46	0.0521	
BC	7.12	1	7.12	1.38	0.2791	
A^2	85.56	1	85.56	16.54	0.0048	
B^2	67.49	1	67.49	13.04	0.0086	
C^2	8.64	1	8.64	1.67	0.2374	
Residual	36.22	7	5.17			
Ajuste	35.34	5	7.07	16.09	0.0595	
Error	0.88	2	0.44			
Total	596.85	16				

(c.1)

	Suma de cuadrados		Promedio	F	P	
Modelo	33,32	5	6,66	23,15	0,0003	*
A-TEMPERATURA	0,11	1	0,11	0,37	0,5611	
B-CONCENTRACION	33,16	1	33,16	115,16	< 0,0001	
AB	0,012	1	0,012	0,043	0,8422	
A^2	0,035	1	0,035	0,12	0,7380	
B^2	0,00058	1	5,844E-004	2,030E-003	0,9653	
Residual	2,02	7	0,29			
Ajuste	1,64	3	0,55	5,73	0,0624	
Error	0,38	4	0,095			
Modelo	35,34	12				

(c.2)

El coeficiente de determinación (R^2), coeficiente de determinación ajustado (R^2 ajustado), coeficiente de determinación predicho (R^2 predicho) y el coeficiente de variación (CV%) se calcularon para verificar la bondad y el comportamiento de los modelos desarrollados con los datos experimentales. Un alto coeficiente de R^2 garantiza un ajuste satisfactorio del modelo cuadrático a los datos experimentales. Los valores de C.V. % bajos indicaron claramente que las desviaciones entre las variables experimentales y predichos son bajas, también mostraron un alto grado de precisión y una gran fiabilidad en los experimentos realizados. Los resultados de coeficiente de determinación y variación del presente trabajo de investigación se proporcionan en la tabla 5, respectivamente.

Tabla 5. Coeficiente de correlación en la extracción y microencapsulación por el software Design Expert 7.0 para, (a.1 y a.2) Fenoles totales, (b.1 y b.2) actividad antioxidante por DPPH y (c.1 y c.2) actividad antioxidante por ABTS.

Estadístico	
Desv. Estándar	0.70
C.V. (%)	1.95
R^2	0.9892
R^2 ajustado	0.9753
R^2 predicho	0.9366

(a.1)

Estadístico	Valor
Desv. Estandár	0,33
C.V. (%)	1,30
R ²	0,9829
R ² ajustado	0,9707
R ² predicho	0,8591

(a.2)

Análisis estadístico	Valor
Desv. Estandár	1.13
C.V. (%)	2.45
R ²	0.9910
R ² ajustado	0.9795
R ² predicho	0.9588

(b.1)

Estadístico	Valor
Desv. Estandár	0,51
C.V. (%)	3,38
R ²	0,9519
R ² ajustado	0,9175
R ² predicho	0,6054

(b.2)

Estadístico	Valor
Desv. Estandár	2.27
C.V. (%)	5.94
R ²	0.9393
R ² ajustado	0.8613
R ² predicho	0.5281

(c.1)

Estadístico	Valor
Desv. Estandár	0,54
C.V. (%)	4,19
R ²	0,9430
R ² ajustado	0,9022
R ² predicho	0,5196

(c.2)

El contenido de polifenoles totales (TPC)

El contenido total de polifenoles totales en la extracción y microencapsulación reporto un valor máximo de 41,1646 y 30.3188mg GAE /g muestra. Tobón, N., (2015). En su trabajo de investigación "extracción de polifenoles a partir de pulpa de café asistidas por ultrasonido utilizo como solvente etanol al 50%, una frecuencia de 25 Khz por un tiempo de 30 minutos, reportando valores comprendidos entre 49,693 a 55,020 mg AGE/g de muestra". Encontrándose que los valores reportados en el presente trabajo de investigación se encuentra cerca del rango reportado por dicho autor. Así

mismo estos resultados están casi al doble de los obtenidos en residuos de café de (Panusa, et. al., 2013). Quienes dieron a conocer que el contenido de polifenoles utilizando residuos de café fresco a diferentes concentraciones de etanol oscilo entre 11 – 28 mg AGE/g. Sin embargo, estos datos fueron superiores a los reportados por (Mussatto, Ballesteros y Teixeira, 2012), donde informaron que el contenido de polifenoles totales utilizando metanol como solvente principal oscilo en un rango de 16 a 18 mg GAE/g muestra en una extracción convencional y asistida por ultrasonido (EAU). Así mismo otros autores como (Arellano, et. al., 2011). Reportaron valores de fenoles totales utilizando metanol de 122 ± 71 mg/g muestra, siendo estos valores muy superiores a los encontrados en el presente trabajo de investigación siendo una de las causas principales las condiciones de preparación de la muestra ya que este autor utilizó hidrolisis ácida.

El efecto de la amplitud del ultrasonido aplicado al proceso de extracción mostró un efecto lineal, el rendimiento aumentó con el poder ultrasónico sobre el contenido de polifenoles. El aumento en el poder de amplitud de radiación facilita la ruptura de las paredes celulares, las burbujas de cavitación que crearon por las ondas de sonido cerca de la muestra de tejido y liberan el contenido de celdas rompiendo las paredes celulares, aumenta la solubilidad de los compuestos presentes y aumenta el rendimiento de extracción (Kollia et al., 2016). Del mismo modo, cambios en la concentración de etanol modifican las propiedades físicas del disolvente, como la densidad, la viscosidad dinámica y la constante dieléctrica, así como modificar las solubilidades de que influyen en la extracción fenólica (Mazza, 2003). Por último, el tiempo de extracción está asociado a la potencia de entrada y mejora la extracción por ultrasonidos (Chemat et al., 2017). Sin embargo, un tiempo de extracción más prolongado con el tratamiento con ultrasonido podría inducir la degradación de los polifenoles (Tiwari, Donnell, & Cullen, 2009). A continuación se muestra las ecuaciones de maximización reportadas por el software para la optimización tanto para la extracción como para la microencapsulación representada por las ecuaciones 1 y 2.

$$\begin{aligned}
 FENOLES = & -993,07995 + 20,38856 * S + 4,10292 * F \\
 & + 54,41223 * T + 0,054716 * S * F - 0,23817 \\
 & * S * T - 0,12315 * F * T - 0,20827 * S^2 \quad \dots\dots\dots(1) \\
 & - 0,029916 * F^2 - 1,60775 * T^2
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 FENOLES = & 185,59172 - 1,21960 * T - 16,32221 \\
 & * C + 0,022903 * T * C + 0,0036147 \\
 & * T^2 + 0,69431 * C^2 \quad \dots\dots\dots(2)
 \end{aligned}$$

Efecto de las variables de extracción en la actividad antioxidante por DPPH y ABTS.

La actividad antioxidante por DPPH y ABTS de residuos de café (Coffea Arábica L.), en la extracción y microencapsulación reporto un valor máximo de 57,0163; 46,8562 mM trolox y 17,5810; 15,3850 mM Trolox, respectivamente. Estas cifras fueron superiores a los resultados de (Haytowitz y Bhagwat, 2010 y Baggio, et. al., 2007). El análisis estadístico muestra que todas las variables fueron influyentes en la actividad antioxidante por DPPH y ABTS, cómo la amplitud de radiación, concentración de etanol y el tiempo de extracción tuvo un efecto significativo con un nivel de significancia del 95 %. Es importante en la capacidad antioxidante los polifenoles debido a la capacidad de donar hidrógeno y formar intermedios radicales estables (Scalbert, et. al., 2005). Los efectos de las variables independientes sobre capacidad antioxidante por DPPH y ABTS, son similares al contenido total de polifenoles. Sun & Ho (2005), También encontró que la capacidad antioxidante determinada por 2,2-difenil-1-picrilhidracilo (DPPH) tenía una relación directa con el contenido de polifenoles. Estos resultados indican que el contenido total de polifenoles contribuye predominantemente en la actividad la actividad de eliminación de radicales DPPH y ABTS. La amplitud de radiación del ultrasonido aplicado al proceso de extracción mostró un efecto directo, el rendimiento aumentó con el poder ultrasónico sobre el contenido de capacidad antioxidante. Un equipo similar de ultrasonido la extracción asistida fue utilizada por Zardo y Espíndola (2017). En el presente estudio se hizo uso de mezclas hidroalcohólicas de etanol, debido a que distintos autores reportan en que se trata de uno de los sistemas más adecuados para la extracción, gracias a las diferentes polaridades de los fenoles totales (Rodrigues & Pinto, 2007). A continuación se muestra las ecuaciones reportadas por el software para la optimización tanto para la extracción como para la

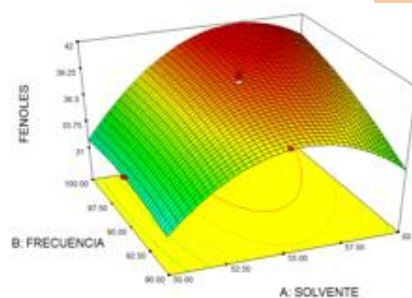
microencapsulación representada por las ecuaciones 3, 4, 5 y 6.

$$\begin{aligned}
 DPPH = & -3220,03206 + 36,29388 * S + 39,80282 \\
 & * F + 82,58227 * T + 0,051559 * S * F \\
 & - 0,35576 * S * T - 0,24039 * F * T \quad \dots\dots\dots(3) \\
 & - 0,33806 * S^2 - 0,21436 * F^2 \\
 & - 2,16819 * T^2
 \end{aligned}$$

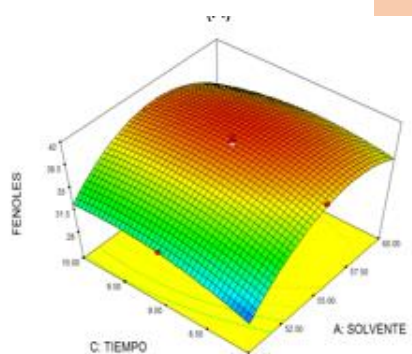
$$\begin{aligned}
 DPPH = & 7,08037 - 0,015951 * T + 0,67611 * C \\
 & + 0,00617588 * T * C - 0,000177271 \\
 & * T^2 + 0,00609508 * C^2 \quad \dots\dots\dots(4)
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 ABTS = & -3221,62688 + 33,47637 * S + 42,44437 * F \\
 & + 72,30077 * T - 0,051367 * S * F \\
 & - 0,37581 * S * T - 0,18872 * F * T \quad \dots\dots\dots(5) \\
 & - 0,22604 * S^2 - 0,20076 * F^2 \\
 & - 1,79542 * T^2
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 ABTS = & -6,00546 + 0,10500 * T - 1,34446 * C \\
 & + 0,00246420 * T * C - 0,00049946 \\
 & * T^2 - 0,00646488 * C^2 \quad \dots\dots\dots(6)
 \end{aligned}$$



(A)



(B)

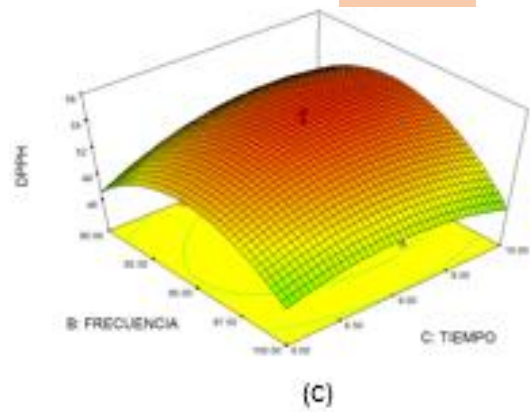
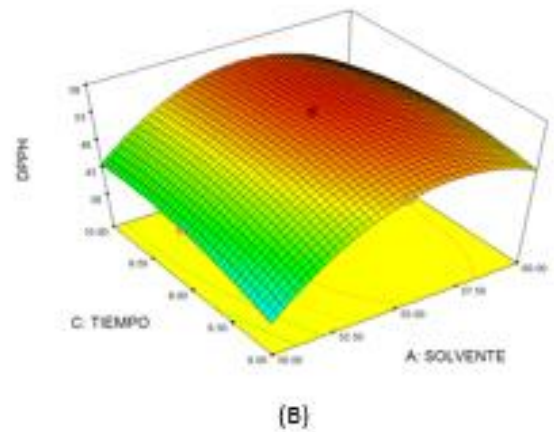
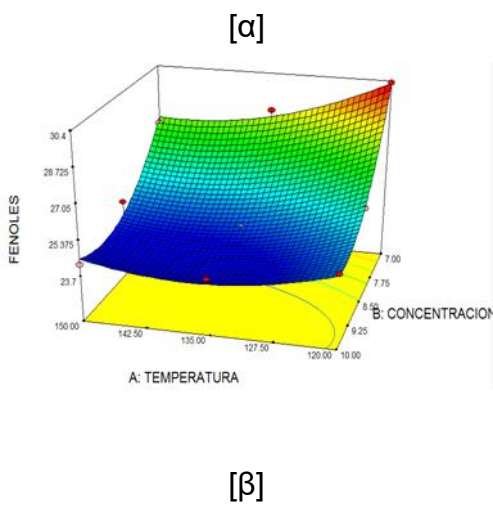
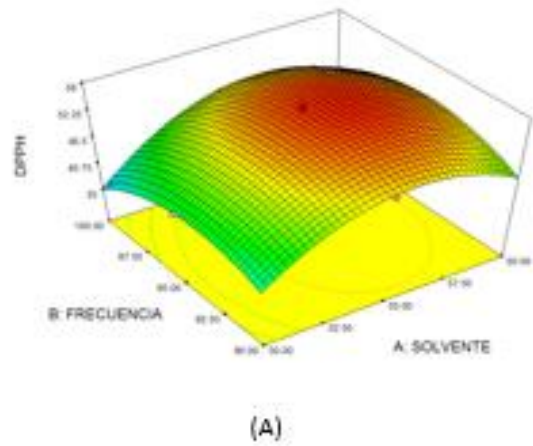
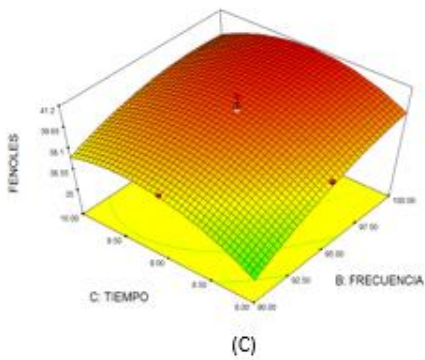
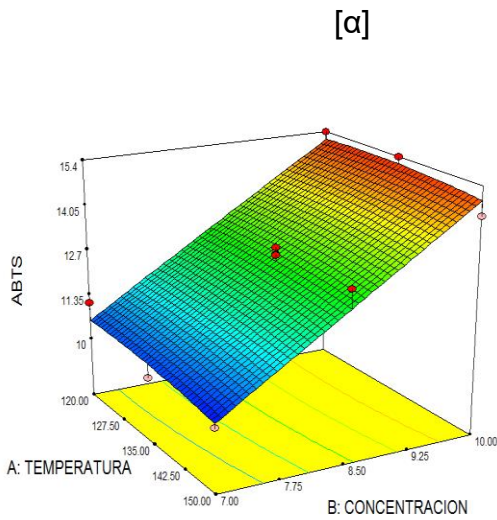


Figura 1. Gráficos de contorno del contenido de polifenoles totales (TPC) en función de la interacción de las variables tanto para la extracción como para la microencapsulación [α] y [β] respectivamente.



[β]

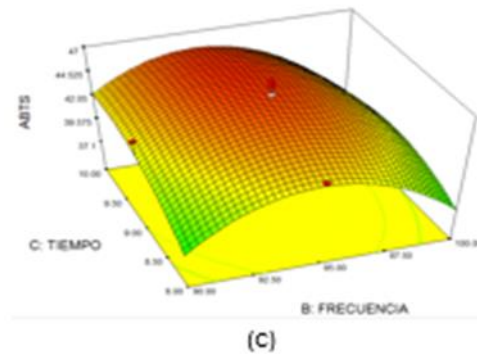
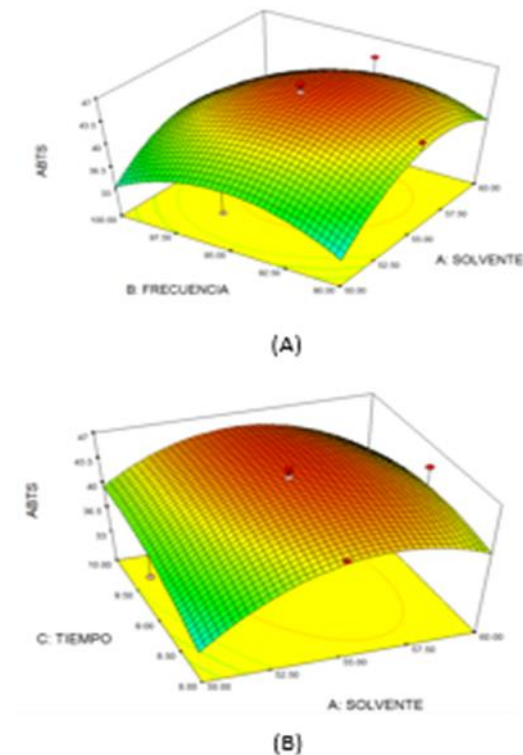
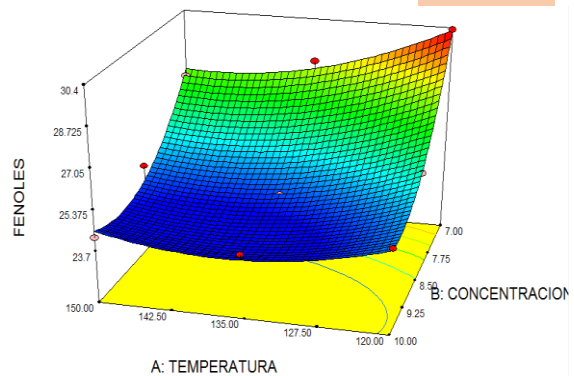


Figura 2. Gráficos de contorno del contenido de capacidad antioxidante por DPPH en función de la interacción de las variables tanto para la extracción como para la microencapsulación [α] y [β] respectivamente.

[α]



[β]

Figura 3. Gráficos de contorno del contenido de capacidad antioxidante por ABTS en función de la interacción de las variables tanto para la extracción como para la microencapsulación [α] y [β] respectivamente.

3. CONCLUSIONES

- Se logró encontrar las mejores condiciones para la extracción asistida con ultrasonido de compuestos fenólicos donde se logran con una frecuencia de 95%, tiempo de 9 min y una mezcla de etanol: agua al 55%, el valor obtenido teórico fue de 41,1646 mg AGE/ g muestra. Siendo estos mismos parámetros quienes maximizan los resultados de capacidad antioxidante por DPPH Y ABTS obteniendo valores de 57,0163 mg Trolox/g muestra y 46,8562 mg Trolox/g muestra, respectivamente.
- Así mismo las mejores condiciones para la microencapsulación se logran con una concentración de maltodextrina del 7 % y una temperatura de secado de 120 °C; obteniendo un valor práctico de 30,3188 ± 0,19 mg AGE/g muestra. De igual manera para la capacidad antioxidante por DPPH y ABTS la mejor condición encontrada fue de 135°C de secado y 10% de maltodextrina, reportando valores de (17,5810 ± 0,13 y 15,3850 ± 0,00) mg Trolox / g muestra, respectivamente.
- El análisis estadístico del modelo de superficie de respuesta en compuestos fenólicos y capacidad antioxidante por DPPH y ABTS, en los extractos, tuvo un ajuste adecuado con una función de tipo cuadrático, con un R² de 0,9892; 0,9910 y 0,9393, respectivamente. Esto significa que el modelo teórico tiene la capacidad de predecir los fenoles totales y capacidad antioxidante por DPPH y ABTS (variables de respuesta) con respecto a los datos experimentales, por tanto se acepta los modelos de superficie de respuesta encontrados.
- En los polvos atomizados el modelo de superficie de respuesta en fenoles totales y capacidad antioxidantes por DPPH y ABTS, tuvo un ajuste adecuado con una función tipo cuadrática con un coeficiente de determinación ajustado (r²) de 0,9829, 0,9519 y 0,9430, respectivamente. Esto significa que el modelo teórico tiene la capacidad de predecir con respecto a los datos experimentales, por tanto se acepta los modelos de superficie de respuesta encontrados.

4. AGRADECIMIENTO

A la facultad de Ingeniería en Industrias Alimentarias
Al laboratorio de investigación el Mantaro

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Arellano, M., Ramírez Coronel, M., Torres Mancera, M., Pérez Morales, G. G., & Saucedo Castañeda, G. (2011). Antioxidant activity of fermented and nonfermented coffee (*Coffea arabica*) pulp extracts. *Food Technology and Biotechnology*, 49(3), 374–378.
- Baggio, J., Lima, A., & Mancini, J. (2007). Identification of phenolic acids in coffee (*Coffea arabica* L.) dust and its antioxidant activity. *J. Food Sci.* 19(3):191-202.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*, 28(1), 25–30. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A.-G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A.-S., & Abert-Vian, M. (2017). Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34, 540–560. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035>
- Haytowitz, D., & Bhagwat, S., (2010). USDA Database for the Oxygen Radical Absorbance Capacity (ORAC) of Selected Foods, Release 2. US Department of Agriculture. 3(1):10–48. <http://doi.org/http://www.ars.usda.gov/ba/bhnrc/n dl>
- Kollia, E., Markaki, P., & Zoumpoulakis, P. (2016). Antioxidant activity of *Cynara scolymus* L. and *Cynara cardunculus* L. extracts obtained by different extraction techniques, 6419(August). <https://doi.org/10.1080/14786419.2016.1219864>
- Li, Z., (2014). Using nanoparticles to enhance absorption and bioavailability of phenolic phytochemicals. A systematic review. *Food Hydrocolloids* 102(3): 1-12.
- Mazza, J. E. C. A. G. (2003). Optimization of Extraction of Anthocyanins from Black Currants with Aqueous Ethanol, 68(1). <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb14146.x>

- Mussatto, S., Ballesteros, L., Martins, S., & Teixeira, J. (2012). Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Agricultural Food Chemistry*, 60(1): 8-9.
- Panusa, A., Zorro, A., Lavecchia, R. y Marrosu, G., (2013). Recovery of natural antioxidants from spent coffee grounds. *Agricultural Food Chemistry*, 61(1): 8-9.
- Rice-Evans, C. A., Miller, N. J., & Paganga, G. (1996). Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Biology & Medicine*, 20(7), 933–956. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/8743980>
- Rodrigues, S., & Pinto, G. A. S. (2007). Ultrasound extraction of phenolic compounds from coconut (*Cocos nucifera*) shell powder, 80, 869–872. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.08.009>
- Scalbert, A., Manach, C., Morand, C., Rémésy, C., & Jiménez, L. (2005). Dietary polyphenols and the prevention of diseases. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 45(4), 287–306. <https://doi.org/10.1080/1040869059096>
- Singleton & Rossi. (1965). Singleton V L & Rossi J A Jr. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16, 144–158.
- Sosa, MV; Rodríguez-Rojo, S .; Mattea, F .; Cismondi, M .; Cocero, MJ (2011). té verde encapsulación mediante coprecipitación anti-disolvente a alta presión. *J. Supercrit. Fluidos*. 56, 304-311.
- Sun, T., & Ho, C. T. (2005). Antioxidant activities of buckwheat extracts. *Food Chemistry*, 90(4), 743–749. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.04.035>
- Tiwari, B. K., Donnell, C. P. O., & Cullen, P. J. (2009). Effect of sonication on retention of anthocyanins in blackberry juice. *Journal of Food Engineering*, 93(2), 166–171. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.01.027>
- Vandamme, TF; Poncelet, D.; Subra-Paternault, P. (2007) La microencapsulación: des ciencias aux tecnologías; Lavoisier Tec y Doc.
- Vieira, et. al., (2013). Chemical and economic evaluation of natural antioxidant extracts obtained by ultrasound-assisted and agitated bed extraction from jussara pulp (*Euterpe edulis*). 119(2):196–204.
- Yang, B., Liu, X., & Gao, Y. (2009). Extraction optimization of bioactive compounds (crocin , geniposide and total phenolic compounds) from *Gardenia* (*Gardenia jasminoides* Ellis) fruits with response surface methodology. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 10(4), 610–615. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.03.003>
- Zardo, I., & Espíndola, A. De. (2017). Optimization of Ultrasound Assisted Extraction of Phenolic Compounds from Sunflower Seed Cake Using Response Surface Methodology. *Waste and Biomass Valorization*, 0(0), 0. <https://doi.org/10.1007/s12649-017-0038-3>
- Zolgharnein, J., Shahmoradi, A., & Ghasemi, J. B. (2013). Comparative study of Box – Behnken , central composite , and Doehlert matrix for multivariate optimization of Pb (II) adsorption onto Robinia tree leaves, (February), 12–20. <https://doi.org/10.1002/cem.248>