



UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE LA MIXTECA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

*SECADO DE JUGO DE JITOMATE POR ASPERSIÓN CON  
COADYUVANTES Y ANTIOXIDANTES NATURALES PARA MEJORAR  
LA RETENCIÓN DE COMPUESTOS BIOACTIVOS*

**T E S I S**

PARA OBTENER EL GRADO DE

**MAESTRO EN CIENCIAS DE PRODUCTOS NATURALES Y  
ALIMENTOS**

PRESENTA:

**I.A. FRANCISCO JAVIER SANTIAGO Y SANTIAGO**

DIRECTOR DE TESIS:

**DR. RAÚL SALAS CORONADO**

**HUAJUAPAN DE LEÓN, OAXACA, MÉXICO, FEBRERO DE 2018.**

El presente proyecto se realizó en las instalaciones del Laboratorio de Bromatología del Instituto de Agroindustrias de la Universidad Tecnológica de la Mixteca.

Parte de los resultados obtenidos en el proyecto se presentaron en el Congreso Internacional de Biotecnología y Alimentos: Hidalgo en la Era Postgenómica, celebrado en la Cd. de Pachuca, Hidalgo, México, del 19 al 21 de Octubre de 2016.

El Congreso fue organizado por la Universidad Politécnica de Pachuca, la Universidad Politécnica de Francisco I. Madero y la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.

## DEDICATORIA

---

### ***A Dios***

*Por la oportunidad que me ha dado de vivir y por estar conmigo en cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente y por haber puesto en mi camino a aquellas personas que han sido mi soporte y compañía durante esta etapa de formación académica que concluye con este trabajo.*

### ***A la memoria de mi madre Toly***

*Por el amor y cariño que siempre me brindó, por los valores que ella supo inculcarme, por sus lecciones de vida tan profundas y sencillas, que me han permitido ser una persona de bien.*

### ***A mi padre Saturnino***

*Porque en los momentos más importantes de mi vida ha estado conmigo, por su cariño y comprensión, y sus invaluable consejos que siempre están disponibles para cuando los necesito.*

### ***A mi esposa e hijos***

*Por su cariño, apoyo y comprensión que siempre me han brindado, especialmente durante esta etapa de estudio.*

### ***A mis maestros***

*Que marcaron de manera positiva cada etapa de mi paso por esta Institución y que me ayudaron con toda disposición en el momento que solicite su apoyo.*

### ***Al personal de los distintos talleres de la Universidad***

*Por su actitud de servicio y su disposición a dar siempre lo mejor de sí.*

## **AGRADECIMIENTOS**

---

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT), por la beca No. 676986 proporcionada para la realización de este trabajo.

A la Universidad Tecnológica de la Mixteca, y en especial al programa de la Maestría en Ciencias: Productos Naturales y Alimentos perteneciente al Programa Nacional de Posgrado de Calidad del CONACyT por la oportunidad de realizar mis estudios de maestría.

Al Dr. Raúl Salas Coronado por compartir sus conocimientos, por sus lecciones de vida y de aliento que verdaderamente aprecio infinitamente.

A mi honorable jurado Dr. Raúl Salas Coronado, Dr. Rogelio Valadez Blanco, Mtra. Alma Yadira Salazar Govea, Dra. Edith Graciela González Mondragón y Dra. Mirna Patricia Santiago Gómez por sus valiosos comentarios y aportaciones a este trabajo.

Al Ing. Marcelino Flores Alonso, jefe del departamento de mantenimiento eléctrico, la Ing. Alma Rosa Velasco Rosales del taller de cerámica y vidrio, al Sr. Rodolfo Palma Guzmán, jefe de talleres y al Sr. Roberto Juan Ramírez Chávez del taller de metales por su valioso apoyo en las distintas fases de desarrollo de la presente investigación.

## RESUMEN

---

El creciente interés en los compuestos bioactivos contenidos en frutas y vegetales abre una oportunidad para agregar un valor adicional al jitomate y a sus productos procesados. Entre estos últimos se encuentran los polvos de jitomate utilizados para la elaboración de una variedad de productos como salsas, sopas concentradas, catsup, etc. Sin embargo, la termolabilidad de los compuestos bioactivos requiere mejorar la protección de estos compuestos durante el procesamiento. De los compuestos bioactivos presentes en los productos de origen vegetal, los compuestos fenólicos son de los más abundantes. El objetivo del presente proyecto consistió en mejorar la retención de los compuestos fenólicos del jitomate durante el secado por aspersión. Se utilizaron coadyuvantes de secado, maltodextrina (MD), concentrado proteico de suero lácteo (SL) y un extracto de semilla de mango (ES), rico en compuestos fenólicos. Además se desarrolló un modelo de predicción para la determinación alternativa del contenido de compuestos fenólicos en los polvos de jitomate. Para el desarrollo del modelo se empleó la espectroscopía de infrarrojo medio de transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) y el método de análisis multivariable de mínimos cuadrados parciales (PLS). De un diseño experimental factorial, los niveles para las variables de composición del jugo fueron MD<sub>1</sub> y MD<sub>2</sub> (relación 1:1 y 2:1, respectivamente), SL<sub>0</sub> y SL<sub>10</sub> (0% y 10%,) y ES<sub>0</sub> y ES<sub>2</sub> (0 y 2 mL extracto/250 g de jugo). El secador por aspersión se operó con aire secante a 150 °C y un flujo de 200 L/min, un flujo de alimentación de jugo formulado de ~2.6 g/min y con una corriente de aire de asperjado a una presión de 5 bar. Se realizaron mediciones de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  a los polvos obtenidos en la cámara de secado y en el ciclón. Los parámetros de color se emplearon para determinar la contribución de los factores en la variabilidad de la cantidad de fenoles totales. El grado de contribución de los coadyuvantes al contenido de fenoles totales (FT) y color se determinó a partir de un ANOVA de tres factores. En los polvos de la cámara de secado se encontró que la variabilidad en la luminosidad ( $L^*$ ) se debe a un efecto predominante de la MD y el SL, el color rojo ( $a^*$ ) se debe al ES y MD, y el color amarillo ( $b^*$ ) a un efecto combinado de MD y ES. Para el caso de los polvos del ciclón se tiene que  $L^*$  y  $a^*$  son afectadas por la MD y el ES; mientras que  $b^*$  varía principalmente por el efecto de la MD, y la interacción MD y ES. La adición de MD en una proporción 2:1, SL en una concentración de 10% y ES en una proporción de 2 mL extracto/250 g de jugo ejerce un efecto positivo en la retención de los FT del jitomate durante el secado por aspersión. El contenido de FT casi se triplica con respecto a la formulación de jitomate con MD en una relación 1:1. El efecto principal lo ejerce la MD y el ES. El modelo de calibración óptimo del análisis multivariable se obtuvo en la región espectral 1750 a 900  $\text{cm}^{-1}$ , a partir de los datos de concentración de FT (método de referencia) y los correspondientes espectros de FTIR-ATR de 48 muestras de polvos de jitomate. Con 12 variables latentes (VL), los parámetros estadísticos para la gráfica de FT medidos vs FT predichos el grado de ajuste ( $R_{cal}^2$ ) fue de 0.89 y la capacidad de predicción correspondiente ( $R_{VC}^2$ ) fue de 0.64. El modelo describe adecuadamente la tendencia lineal de los datos aunque una limitada capacidad para predecirlos debido posiblemente a la variabilidad alta que se observó en los datos de FT de los polvos de jitomate.

# ÍNDICE GENERAL

---

ÍNDICE DE FIGURAS .....	XI
ÍNDICE DE TABLAS.....	XIII
LISTA DE ABREVIATURAS.....	XV
LISTA DE SÍMBOLOS .....	XVI
<b>1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
<b>2. ANÁLISIS DE FUNDAMENTOS .....</b>	<b>3</b>
2.1. IMPORTANCIA ECONÓMICA DEL JITOMATE .....	3
2.2. COMPUESTOS BIOACTIVOS DEL JITOMATE .....	4
2.2.1. COMPUESTOS FENÓLICOS.....	4
2.2.2. ESTRUCTURA QUÍMICA Y CLASIFICACIÓN.....	4
2.2.3. COMPUESTOS FENÓLICOS DEL JITOMATE.....	5
2.3. EXTRACTOS ANTIOXIDANTES NATURALES.....	6
2.3.1. ORIGEN Y EFECTOS.....	7
2.3.2. EXTRACTOS DE SEMILLA DE MANGO.....	7
2.3.3. COMPOSICIÓN DE LA SEMILLA DE MANGO.....	8
2.4. SECADO DE ALIMENTOS .....	10
2.4.1. IMPORTANCIA DEL SECADO.....	10
2.4.2. SECADO POR ASPERSIÓN.....	10
2.4.2.1. FUNDAMENTOS DEL SECADO POR CALOR.....	10
2.4.2.2. COMPONENTES DE UN SECADOR POR ASPERSIÓN.....	11
2.4.2.3. PARÁMETROS CRÍTICOS EN EL SECADO POR ASPERSIÓN.....	11
2.4.3. SECADO POR ASPERSIÓN DE PRODUCTOS DE JITOMATE.....	12

2.4.4. COADYUVANTES DE SECADO.....	14
2.4.5. CAMBIO DEL COLOR CON EL PROCESAMIENTO DE ALIMENTOS. ....	15
2.5. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA.....	16
2.5.1. FUNDAMENTOS.....	16
2.5.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO MEDIO (MIR).....	16
2.5.3. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CON TRANSFORMADA DE FOURIER. .....	18
2.6. ANÁLISIS MULTIVARIABLE Y ESPECTROSCOPIA FTIR-ATR .....	21
2.6.1. ANÁLISIS MULTIVARIABLE.....	21
2.6.2. FUNDAMENTOS.....	22
2.6.3. MÉTODO <i>PLS</i> . ....	22
2.6.4. CONSTRUCCIÓN DEL MODELO DE CALIBRACIÓN MULTIVARIABLE...25	
2.6.5. PRE-PROCESAMIENTOS DE DATOS ESPECTRALES.....	27
2.6.6. VALIDACIÓN CRUZADA.....	30
2.6.7. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD PREDICTIVA DEL MODELO. ....	32
2.6.8. VALIDACIÓN DEL MODELO.....	36
2.6.9. PREDICCIÓN DE NUEVAS MUESTRAS. ....	36
<b>3. ORIGINALIDAD .....</b>	<b>37</b>
<b>4. OBJETIVOS .....</b>	<b>38</b>
4.1. OBJETIVO GENERAL.....	38
4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	38
<b>5. METAS .....</b>	<b>40</b>
<b>6. METODOLOGÍA.....</b>	<b>42</b>
6.1. PROCEDIMIENTO GENERAL .....	42



6.2. MATERIA PRIMA.....	42
6.3. MATERIALES Y REACTIVOS.....	43
6.4. SISTEMA DE SECADO POR ASPERSIÓN .....	44
6.5 RECONFIGURACIÓN DEL SISTEMA DE SECADO POR ASPERSIÓN .....	45
6.6. EXTRACTO DE SEMILLA DE MANGO .....	45
6.7. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.....	46
6.8. MÉTODOS ANALÍTICOS .....	49
6.9. TRATAMIENTO DE DATOS.....	51
6.10. ANÁLISIS ESTADÍSTICO .....	58
<b>7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>59</b>
7.1. RECONFIGURACIÓN DEL SECADOR POR ASPERSIÓN .....	59
7.1.1. CORRIENTE DE AIRE SECANTE.....	59
7.1.2. CORRIENTE DE AIRE DE ASPERJADO.....	62
7.1.3. ALIMENTACIÓN.....	63
7.1.4. CONFIGURACIÓN FINAL DEL SISTEMA DE SECADO UTILIZADO.....	65
7.2. OBTENCIÓN DE EXTRACTO DE SEMILLA DE MANGO.....	65
7.3. DETERMINACIÓN DE HUMEDAD .....	65
7.4. RENDIMIENTO DE POLVOS DE JUGO DE JITOMATE SECADO POR ASPERSIÓN.....	65
7.5. ANÁLISIS DE PARÁMETROS DEL COLOR.....	69
7.5.1. ANOVA DE LOS PARÁMETROS DEL COLOR.....	70
7.5.1.1. SUPUESTOS DE NORMALIDAD Y HOMOCEDASTICIDAD DE LAS VARIANZAS.....	70
7.5.1.2. ANOVA DE TRES FACTORES. ....	71

7.5.2. PRUEBA DE <i>TUKEY</i> .....	76
7.6. FENOLES TOTALES .....	81
7.6.1. ANOVA DE TRES FACTORES. ....	81
7.6.2. PRUEBA DE <i>TUKEY</i> .....	81
7.7. ADQUISICIÓN E INTERPRETACIÓN DE ESPECTROS DE FTIR-ATR.....	84
7.8. SELECCIÓN DE LA REGIÓN ESPECTRAL PARA LA CALIBRACIÓN .....	85
7.9. MODELOS DE CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN .....	88
7.9.1. CALIBRACIÓN.....	88
7.9.2. VALIDACIÓN.....	94
<b>8. CONCLUSIONES .....</b>	<b>97</b>
<b>9. PERSPECTIVAS.....</b>	<b>99</b>
<b>10. BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>100</b>
<b>11. APÉNDICES .....</b>	<b>109</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

---

	Página.
<b>Figura 1.</b> Sistema de secado por aspersión de una etapa. Modificado de Checa-Peralta (2013).	12
<b>Figura 2.</b> Espectro electromagnético. La región infrarroja está dividida en tres intervalos espectrales: IR cercano (NIR), IR medio (MIR) e IR lejano (FIR). La espectroscopía FTIR emplea la radiación MIR. Tomado y modificado de: <a href="https://plus.google.com/+JmoceanavenueficialBlogspotJMOceanAvenueOficial">https://plus.google.com/+JmoceanavenueficialBlogspotJMOceanAvenueOficial</a> . Consultado el 12 de diciembre de 2016.	17
<b>Figura 3.</b> Esquema básico del funcionamiento de un espectrómetro de infrarrojo medio de transformada de Fourier (FTIR).	19
<b>Figura 4.</b> Representación de una cámara de ATR (Tomado de: <a href="https://shop.Perkinelmer.com/content/technicalinfo/tch_ftiratr.pdf">https://shop.Perkinelmer.com/content/technicalinfo/tch_ftiratr.pdf</a> ). Consultado el 8 de febrero de 2017.	20
<b>Figura 5.</b> Modelación indirecta mediante el algoritmo de regresión de mínimos cuadrados parciales ( <i>PLS</i> ).	23
<b>Figura 6.</b> Representación gráfica del método <i>PLS</i> .	24
<b>Figura 7.</b> Proceso para la construcción del modelo multivariable mediante el algoritmo de regresión de mínimos cuadrados parciales ( <i>PLS</i> ) acoplado a espectroscopía FTIR-ATR.	26
<b>Figura 8.</b> Esquema de una validación cruzada: A) un dato de prueba y $N - 1$ datos de entrenamiento; B) $N/2$ datos de entrenamiento y $N/2$ datos de prueba. Tomado de <a href="https://es.wikipedia.org/wiki/Validaci%C3%B3n_cruzada">https://es.wikipedia.org/wiki/Validaci%C3%B3n_cruzada</a> .	31
<b>Figura 9.</b> Gráfico de varianza capturada en función del número de variables latentes retenidas en el modelo <i>PLS</i> .	35
<b>Figura 10.</b> Metodología para mejorar la retención de compuestos fenólicos en jugo de jitomate secado por aspersión.	43

	Página
<b>Figura 11.</b> Sistema de secado por aspersion de una etapa desarrollado por Checa-Peralta (2013).	44
<b>Figura 12.</b> Proceso para la construcción del modelo multivariable mediante el algoritmo de regresión de mínimos cuadrados parciales ( <i>PLS</i> ) acoplado a espectroscopía FTIR-ATR.	54
<b>Figura 13.</b> Batería de filtros para obtener un aire libre de aceite y de partículas de hasta 0.01 micras. A) Separador de agua a granel, B) Pre-filtro, C) Conector múltiple, D) Filtro coalescente y E) Filtro adsorbedor.	60
<b>Figura 14.</b> Pre-calentador para acondicionar la temperatura del aire secante a una temperatura estable cercana a la de operación del secador por aspersion.	61
<b>Figura 15.</b> <i>Dimmer</i> de 2000 W/ 110 V para el control de corriente en la línea de alimentación de corriente eléctrica al pre-calentador.	62
<b>Figura 16.</b> Secador de aire por refrigeración.	63
<b>Figura 17.</b> Efecto de la presencia de humedad en el perfil de temperaturas del aire secante durante el calentamiento.	64
<b>Figura 18.</b> Configuración final del sistema de secado por aspersion de una etapa. Modificado de Checa-Peralta (2013).	66
<b>Figura 19.</b> Muestras de polvos obtenidas durante el secado por aspersion de jugo de jitomate: A) ciclón, B) cámara de secado.	70
<b>Figura 20.</b> Espectros de FTIR-ATR de polvos de jugo de jitomate obtenidos de la cámara de secado (24 datos) y del ciclón (24 datos) con distintas composiciones con MD, SL y ES.	85
<b>Figura 21.</b> Correlación entre la concentración de fenoles totales predichos con el modelo de calibración y fenoles totales medidos. Las muestras 27 y 34 se excluyeron de la calibración.	92
<b>Figura 22.</b> Correlación entre la concentración de fenoles totales predichos por validación cruzada y fenoles totales medidos. <b>T</b> es el tratamiento; <b>R</b> es la réplica del tratamiento; <b>CS</b> cámara de secado; <b>SC</b> separador ciclónico.	93

## ÍNDICE DE TABLAS

---

	Página
<b>Tabla 1.</b> Contenido de fenoles totales y actividad antioxidante de algunas semillas de frutas.	9
<b>Tabla 2.</b> Variables de composición consideradas para la preparación de las distintas muestras de jugo de jitomate formulado.	47
<b>Tabla 3.</b> Experimentos de un diseño factorial con tres factores, dos niveles y dos réplicas.	47
<b>Tabla 4.</b> Condiciones experimentales adaptadas a la reconfiguración del sistema de secado por aspersión para el secado de jugo de jitomate formulado.	49
<b>Tabla 5.</b> Selección del número de muestras para los conjuntos de calibración y validación a partir de los datos de la cámara de secado, los datos del ciclón y los datos conjuntos de la cámara de secado + ciclón.	53
<b>Tabla 6.</b> Condiciones de operación para el secado por aspersión	64
<b>Tabla 7.</b> Contenido de sólidos de los jugos formulados, así como los flujos de la alimentación, la duración del proceso y el porcentaje de recuperación de polvos en el secado por aspersión de jugo de jitomate.	67
<b>Tabla 8.</b> Resultados del ANOVA de tres factores para los parámetros de color de los polvos obtenidos en el ciclón.	73
<b>Tabla 9.</b> Resultados del ANOVA de tres factores para los parámetros de color de los polvos obtenidos en la cámara de secado.	75
<b>Tabla 10.</b> Resultados de la prueba de <i>Tukey</i> para los polvos obtenidos en el ciclón.	77
<b>Tabla 11.</b> Resultados de la prueba de <i>Tukey</i> para los polvos obtenidos en el cámara de secado.	80
<b>Tabla 12.</b> ANOVA de tres factores para los datos de fenoles totales de los polvos obtenidos en la cámara de secado y en el ciclón.	82

	Página
<b>Tabla 13.</b> Prueba de <i>Tukey</i> de fenoles totales en los polvos de jitomate del ciclón y la cámara de secado.	82
<b>Tabla 14.</b> Identificación de las bandas más descriptivas de los compuestos fenólicos en el espectro MIR.	86
<b>Tabla 15.</b> Ensayos con distintas regiones espectrales para la selección de la región con la mayor correlación entre los cambios en la composición de los fenoles totales y la respuesta espectral.	87
<b>Tabla 16.</b> Regiones espectrales óptimas y parámetros estadísticos correspondientes a cada grupo de datos en estudio para la selección del mejor modelo de predicción de fenoles totales en polvos de jugo de jitomate formulado	90
<b>Tabla 17.</b> Predicción de datos de fenoles totales a partir del proceso de validación cruzada para los datos del ciclón.	95
<b>Tabla 18.</b> Predicción de datos de fenoles totales a partir del proceso de validación cruzada para los datos de la cámara de secado.	96

## LISTA DE ABREVIATURAS

---

ATR	Reflectancia total atenuada
FTIR	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier
ED	Equivalentes de dextrosa
ES	Extracto de semilla de mango
FIR	Infrarrojo lejano
FT	Fenoles totales
IR	Infrarrojo
MC	Centrado a la media
MD	Maltodextrina
MIR	Infrarrojo medio
MSC	Corrección de dispersión multiplicativa
$n$	Número total de objetos
NaN	No es un número
NIR	Infrarrojo cercano
<i>PLS</i>	Mínimos cuadrados parciales
<i>PLSR</i>	Regresión por mínimos cuadrados parciales
RMSE	Raíz del cuadrado medio del error
RMSEC	Raíz del cuadrado medio del error de la calibración
RMSEVC	Raíz del cuadrado medio del error de la validación cruzada
RMSEP	Raíz del cuadrado medio del error de la predicción
SL	Concentrado proteico de suero lácteo
VL	Variabes latentes

## LISTA DE SÍMBOLOS

---

$a^*$	Valores positivos (rojo) y valores negativos (verde)
$b^*$	Valores positivos (amarillo) y valores negativos (azul)
$L^*$	Luminosidad
$T_g$	Temperatura de transición vítrea
$U$	Variable latente a partir de las respuestas (puntajes $Y$ )
$P_0$	Peso de la muestra
$P_1$	Peso del crisol más muestra húmeda
$P_2$	Peso del crisol más muestra seca
$\omega^2$	Omega cuadrada
$\mathbf{X}$	Matriz de variables espectrales
$X$	Predictores
$X_{\text{Cal}}$	Espectros de FTIR-ATR
$Y$	Variables de respuesta
$\hat{y}_i$	Valores de la variable $Y$ que son estimados por validación cruzada
$y_i$	Valores conocidos de la variable $Y$
$Y_{\text{Cal}}$	Valores de concentración de FT de referencia
$\mathbf{Y}$	Matríz de datos de concentración del (los) analito(s)



# 1. INTRODUCCIÓN

---

El aumento en el consumo de polvos de jitomate para la preparación de diversos productos (jugo de tomate, pulpa, salsas, etc.) está acompañada de una demanda de retención máxima de antioxidantes (vitamina C, licopeno y compuestos fenólicos) durante el proceso de secado del jitomate. Esto último con el propósito de obtener un polvo de jitomate de valor agregado alto. Los compuestos fenólicos son los antioxidantes más abundantes en el jitomate, principalmente en forma de ácidos fenólicos y flavonoides (Slimestad y Verheul, 2009); sin embargo, su contenido experimenta una reducción significativa cuando estos se someten a un proceso de secado (Re *et al.*, 2002). El proceso de secado por aspersión es un método viable para la deshidratación del jitomate por los tiempos reducidos de exposición del producto a las condiciones de secado. Este proceso consiste en la exposición de pequeñas gotas, obtenidas a partir de una corriente líquida del alimento, a una corriente de aire caliente para producir un producto en polvo.

Un problema frecuente en el secado por aspersión es la pegajosidad que se produce con alimentos ricos en azúcares y ácidos orgánicos, tales como los jugos de frutas. La pegajosidad consiste en la adhesión de partículas de polvo sobre la pared interna del secador, lo que conduce a un rendimiento bajo. Para minimizar este problema se emplean coadyuvantes de secado como las maltodextrinas, concentrados proteicos de suero lácteo o las gomas que permiten incrementar la recuperación de polvos. Adicionalmente, los coadyuvantes se pueden emplear durante el secado por aspersión como un material de encapsulación de nutrientes y compuestos bioactivos presentes en los alimentos para protegerlos de la luz, aire, etc. (Murugesan y Orsat, 2011), debido a que favorecen la formación de una pared protectora alrededor de los compuestos termolábiles.

Por otro lado, el uso de extractos naturales antioxidantes, como los extractos de semilla de mango, permiten reforzar el sistema antioxidante endógeno del producto a deshidratar, para hacer frente a las reacciones de oxidación promovidas por la presencia de oxígeno a temperaturas altas. Abdalla *et al.*, (2007) han reportado que los extractos de semilla de mango aplicados en aceites comestibles

almacenados a temperatura ambiente reducen la rancidez oxidativa. En nuestro grupo de trabajo se llevó a cabo un estudio de deshidratado de rebanadas de mango pretratadas con una combinación de sulfitos y extracto de semilla de mango en un secador de charolas. Los resultados obtenidos mostraron una disminución del oscurecimiento de las rebanadas durante el proceso de secado (Jiménez-Durán, 2015). Al parecer, estos efectos se deben a que los extractos contienen una importante cantidad de compuestos fenólicos, responsables de la actividad antioxidante, que inhiben la acción de los agentes oxidantes presentes en el medio.

Adicionalmente, el empleo de metodologías emergentes capaces de predecir el valor de un parámetro o propiedad en mezclas incógnitas de múltiples componentes a partir de una pequeña cantidad de muestra y de una señal instrumental, han cobrado gran relevancia. Estas técnicas son conocidas como análisis multivariable y utilizan grupos de datos espectroscópicos, espectrométricos, electroquímicos, cromatográficos, entre otros, para correlacionarlos con datos obtenidos a partir de otras técnicas analíticas.

Basado en lo anterior, la hipótesis del presente trabajo estableció que la adición de un extracto de semilla de mango rico en fenoles combinado con maltodextrina y un concentrado proteico de suero lácteo en el jugo de jitomate, permitirá obtener un producto deshidratado en polvo con una retención alta de compuestos fenólicos. Para evaluar la hipótesis anterior, se propuso como objetivo de la presente investigación determinar el efecto en el contenido de fenoles totales en muestras de jitomate formuladas con distintas concentraciones de maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango secadas por aspersion bajo condiciones constantes de operación

También se incluyó la obtención de un modelo de predicción del contenido de fenoles totales utilizando espectroscopía de FTIR-ATR por medio de análisis multivariable. El propósito del modelo fue llevar a cabo el seguimiento en la retención de compuestos fenólicos y contar con un instrumento para predecir la concentración de FT en muestras futuras de polvos de jitomate obtenidas en condiciones similares.

## 2. ANÁLISIS DE FUNDAMENTOS

---

En la presente sección se trata la importancia económica del jitomate así como de las características y propiedades de los compuestos fenólicos presentes en el fruto. La importancia de estos compuestos radica en su capacidad de brindar beneficios a la salud en contra de las enfermedades degenerativas. También se detallan los aspectos más relevantes del método de secado por aspersión, como una opción factible para la conservación de las propiedades del jugo de jitomate y de la aplicación de coadyuvantes y extractos naturales antioxidantes para mejorar la recuperación de sólidos y reducir la degradación de los fenoles durante el secado. Se incluye un apartado relacionado con los extractos naturales antioxidantes como reforzadores y protectores de la carga natural de componentes bioactivos en el jitomate. Asimismo, se tratan los fundamentos de la espectroscopía de infrarrojo medio con transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) y del análisis multivariable para su aplicación como un método confiable, rápido y amigable con el medio ambiente para la cuantificación de compuestos fenólicos.

### 2.1. Importancia económica del jitomate

El jitomate es uno de los vegetales frescos más ampliamente consumidos en el mundo. También se utiliza en la industria de alimentos como materia prima para la producción de productos derivados como puré, pasta, jugo, sopa, salsa, mermeladas, catsup, entre otros (Suárez *et al.*, 2008). El jitomate es el vegetal de mayor importancia económica solo después de la papa (FAOSTAT, 2014). La producción mundial de jitomate fresco en el 2014 fue de 102.38 millones de toneladas (FAOSTAT, 2014). México fue el 10º productor de jitomate, con una producción de 2.9 millones de toneladas que equivalen al 2.87% de la producción mundial de jitomate fresco. En México, Oaxaca es el 8º productor a nivel nacional con una producción de 96,700 ton, y esto representa el 3.4% de la producción nacional (SIAP, 2013).

## **2.2. Compuestos bioactivos del jitomate**

Los recientes estudios epidemiológicos sugieren una correlación positiva entre las dietas ricas en vegetales y frutas, y una incidencia reducida de enfermedades crónicas (Lasheras *et al.*, 2000). Este efecto benéfico se atribuye principalmente a la presencia de compuestos nutritivos, como las vitaminas A, C y E, y cierto tipo de compuestos no nutritivos, como los carotenoides y los compuestos fenólicos (Anttonen y Karjalainenb, 2005; Chang *et al.*, 2006). Estos compuestos no nutritivos denominados bioactivos tienen un efecto benéfico en la salud humana debido a sus propiedades antioxidantes. Diversos estudios han demostrado que la concentración de los componentes bioactivos presentes en frutos de jitomate frescos depende de diversos factores como la variedad de la planta, el suelo y las condiciones climáticas de cultivo (Vinha, 2012), el grado de madurez del fruto y las condiciones de almacenamiento post-cosecha (Vinha, 2013).

**2.2.1. Compuestos fenólicos.** Este grupo de compuestos son los componentes bioactivos más abundantes en los vegetales y en una gran variedad de desechos agroindustriales, razón por la cual adquieren especial relevancia. Los compuestos fenólicos son metabolitos secundarios que se encuentran en frutas, verduras y granos, y están asociados con la prevención de algunas enfermedades (Haminiuk *et al.*, 2012) debido a que presentan actividad antioxidante, antiviral, antimicrobiana y antitumoral (Luo *et al.*, 2011). La utilización de estos compuestos en la preparación de ciertos alimentos busca: a) reducir la utilización de antioxidantes sintéticos, b) reforzar la actividad de los sistemas antioxidantes, b) reforzar la actividad de los sistemas antioxidantes endógenos aportando una protección extra para el estrés oxidativo y c) servir en el diseño de alimentos benéficos para la salud (funcionales o nutraceuticos). Este potencial de los compuestos fenólicos ha llevado al estudio de su actividad mediante ensayos *in vivo* e *in vitro* así como sus aplicaciones en la conservación de la calidad de los alimentos.

**2.2.2. Estructura química y clasificación.** Los compuestos fenólicos son el producto del metabolismo secundario de plantas que se sintetizan por las dos principales vías de la aromagénesis, la del shikimato y la del acetato (Bravo, 1998). Estos compuestos se sintetizan en el

transcurso del desarrollo normal de la planta así como en respuesta a situaciones de estrés (Naczek y Shahidi, 2004).

La estructura de los compuestos fenólicos se caracteriza por tener uno o varios grupos bencénicos sustituidos con grupos hidroxilos. Estos compuestos son muy diferentes en tamaño ya que incluyen desde fenoles muy simples como los ácidos hidroxibenzoicos hasta grandes polímeros como los taninos condensados y taninos hidrolizables con pesos moleculares superiores a los 30,000 Da (Tomás-Barberán y Espin, 2001).

Los compuestos fenólicos se clasifican principalmente según el número de anillos de fenol que contienen, en ácidos fenólicos, estilbenos, flavonoides, lignanos y taninos. Varios de estos compuestos se encuentran en la naturaleza como glicósidos, ésteres y/o éteres metílicos (García-Salas *et al.*, 2010). Los glicósidos se forman cuando los fenoles están ligados a una o más moléculas de azúcares; Cuando los compuestos fenólicos se encuentran libres de éstas moléculas se les llama agliconas. El grado de glicosilación afecta directamente la capacidad antioxidante de estos componentes bioactivos. En el caso particular de los flavonoides, las formas de agliconas miricetina y quercetina son más activas que sus correspondientes glicósidos (Kaur y Kapoor, 2001).

**2.2.3. Compuestos fenólicos del jitomate.** El consumo de jitomate es una fuente de varias clases de compuestos bioactivos, principalmente del grupo de los flavonoides (quercetina, kaempferol y naringenina) y de los ácidos hidroxicinámicos (ácido cafeico, clorogénico, ferúlico y *p*-cumárico) (Slimestad y Verheul, 2009; Martínez-Valverde *et al.*, 2002; Torres *et al.*, 2006). Varios estudios han demostrado que el genotipo y las técnicas de cultivo pueden afectar significativamente el perfil fenólico del jitomate y, en consecuencia, su valor funcional (Gautier *et al.*, 2008).

El contenido promedio de fenoles totales en los jitomates frescos es de  $23.69 \pm 0.21$  mg EAG/ 100 g de fruto fresco con un contenido menor a otros frutos como ciruelas, fresas y toronjas, los cuales tienen un contenido de  $368.66 \pm 12.66$ ,  $225.00 \pm 2.60$  y  $161.72 \pm 7.66$  mg EAG/100 g de fruto

fresco, respectivamente (Chun *et al.*, 2005); sin embargo, la aportación de compuestos fenólicos del jitomate a la dieta es de mayor importancia que la de los frutos antes mencionados debido a su mayor consumo diario. Cuando se someten a procesos de secado, los frutos muestran una reducción en el contenido de fenoles (Re *et al.*, 2002). Durante el proceso térmico del fruto la concentración de algunos fenoles simples como el ácido clorogénico, el ácido cafeico y el ácido *p*-cumárico aumentan, mientras que los compuestos fenólicos más complejos tales como el ácido ferúlico, la rutina y la naringenina disminuyen (Re *et al.*, 2002). Estas transformaciones no permiten detectar un cambio neto en el contenido de fenoles totales, por lo que la degradación no es cuantificable.

Santos-Sánchez *et al.*, (2012) reportaron que durante el secado de rebanadas de jitomate en un secador de charolas a una velocidad de aire secante de 0.6 m/s, y a temperaturas de 45, 50 y 60 °C, se observó una reducción en el contenido de fenoles totales equivalente a 15, 3.4 y 2.1%, respectivamente; mientras que a una velocidad de 1.2 m/s la reducción de estos compuestos fue mayor, con valores de 21.6, 11.4 y 8.9%, respectivamente. Los resultados observados muestran que el procesamiento térmico de jitomate promueve diferentes reacciones de oxidación que afectan su contenido de fenoles totales.

### **2.3. Extractos antioxidantes naturales**

En la industria de alimentos, los antioxidantes sintéticos como el butil hidroxitolueno (BHT) y el butil hidroxianisol (BHA) se utilizan actualmente como aditivos debido a que retardan el proceso de oxidación de grasas y aceites. Sin embargo, su uso es controversial debido a que algunos estudios han demostrado que pueden ser los responsables del daño hepático y la carcinogénesis (Krishnaiah *et al.*, 2011). Por tal motivo, el interés en la aplicación de antioxidantes naturales ha ido en aumento (Karre *et al.*, 2013). Se ha observado que los extractos naturales confieren propiedades antioxidantes y antimicrobianas a los alimentos, logrando preservar el color y mantener o incrementar la vida de anaquel de éstos (Karre *et al.*, 2013). Dada la importancia de los extractos naturales se ha fomentado la investigación de fuentes vegetales para la identificación y cuantificación de antioxidantes.

**2.3.1. Origen y efectos.** Las plantas sintetizan una gran diversidad de compuestos no nutritivos denominados metabolitos secundarios o fitoquímicos. Destacan entre estos fitoquímicos los que contribuyen a evitar el daño oxidativo a los componentes celulares, asociados a un número de enfermedades crónicas incluyendo cáncer (Charles, 2012). Estos fitoquímicos son tóxicos para la misma célula vegetal y se sintetizan como respuesta de defensa química de las plantas contra condiciones de estrés biótico y abiótico (Sepúlveda-Jiménez *et al.*, 2003). El efecto benéfico de estos fitoquímicos se atribuye a su capacidad antioxidante (Charles, 2012).

Los extractos de plantas han demostrado ser una fuente importante de compuestos con marcada actividad antioxidante (Gülçin *et al.*, 2003). Las propiedades antioxidantes de los extractos de plantas se atribuyen a varios grupos de compuestos entre los que destacan los polifenoles (Baydar *et al.*, 2007). Por ello, las plantas con concentraciones altas de fenoles tienen un buen potencial como antioxidantes naturales. Muchos subproductos y desechos generados por las agroindustrias contienen polifenoles con posible aplicación como antioxidantes alimenticios y agentes preventivos contra algunas enfermedades. El uso de extractos de plantas ricos en antioxidantes en alimentos, tiene como objetivo preservar la calidad de estos y producir productos alimenticios con propiedades funcionales o nutraceuticas (Falowo *et al.*, 2014).

**2.3.2. Extractos de semilla de mango.** Estos extractos tienen una actividad antioxidante importante, inclusive más alta que en la pulpa misma (Ribeiro *et al.*, 2008; Soong y Barlow, 2004; Maisuthisakul y Gordon, 2009), así como actividad antimicrobiana (Engels *et al.*, 2009). El aprovechamiento de estos extractos reviste de importancia puesto que la semilla es un producto de desecho.

La aplicación principal de los extractos de semilla de mango ha sido como antioxidante. En este sentido, Abdalla *et al.* (2007) utilizaron extractos de semilla de mango de variedades cultivadas en Egipto para evaluar su efecto sobre la vida de anaquel de aceite de girasol. Los autores reportaron que el aceite tratado con extracto a una concentración de 800 ppm presentó una rancidez oxidativa menor que los aceites con concentraciones de 200 y 400 ppm. Estos autores también analizaron la

combinación de los extractos de semilla y aceite de mango para evitar la oxidación de papas fritas. Los resultados mostraron que al usar una solución con una concentración de 400 ppm de extracto y 5% de aceite de semilla de mango, aumentó la estabilidad oxidativa del aceite de girasol durante el freído y el almacenamiento a temperatura ambiente. Además, tanto el extracto como el aceite mejoraron las características de estabilidad oxidativa y calidad de las papas fritas frescas y almacenadas. Los autores concluyen que estos efectos se deben posiblemente a que los extractos contienen una cantidad alta de compuestos fenólicos, responsables de la actividad antioxidante, ayudando a neutralizar los radicales libres y a reducir la presencia de peróxidos.

Por otro lado, Jiménez-Durán (2015) evaluó el efecto de pretratamientos con extracto de semilla de mango con y sin metabisulfito de sodio en el secado de rebanadas de mango en un secador de charolas. En este estudio se reportó que la combinación de sulfitos y extractos disminuyó el oscurecimiento de las rebanadas durante el proceso de secado. Nuevamente estos efectos se atribuyen a que los extractos contienen una cantidad alta de fenoles totales, responsables de la actividad antioxidante.

**2.3.3. Composición de la semilla de mango.** Las semillas de mango en base fresca contienen en promedio de 2.6% de proteína, 4.2% de grasa, 7.9% de azúcar total, 0.9% de fibra, 57.8% de almidón y 10.6% de taninos (Garg y Prakash, 2006). Se ha reportado que el contenido de fenoles totales en la semilla de mango *Tommy Atkins* es aproximadamente 6 veces mayor que el contenido de la cáscara (Sogi *et al.*, 2013). Soong y Barlow (2006) reportaron el contenido de fenoles totales y la capacidad antioxidante de la porción comestible y las semillas de aguacate, yaca, mango y tamarindo, Tabla 1. Los autores demostraron que las semillas de los frutos estudiados tuvieron una capacidad antioxidante y un contenido de fenoles totales mayor que en las porciones comestibles. Además reportaron que la semilla de mango tuvo el contenido de fenoles totales y la actividad antioxidante más alta, comparada con las otras semillas de frutas. Estos resultados les permitieron sugerir que las semillas de mango deben ser aprovechadas como una fuente de aditivos naturales para utilizarlos en determinados alimentos funcionales con el propósito de aumentar su capacidad antioxidante antes que ser descartadas como desechos agroindustriales.



Kittiphoom y Sutasinee (2013) realizaron un análisis comparativo del contenido de fenoles y la actividad antioxidante de algunas semillas de frutas, y encontraron que la semilla de mango tiene la actividad antioxidante más alta, atribuida a un contenido alto de compuestos fenólicos. Estos datos respaldan la factibilidad de utilizar industrialmente la semilla de mango como ingrediente alimenticio funcional.

Maisuthisakul (2008) reportaron el contenido de fenoles totales en semillas de mango de algunas variedades originarias de Tailandia, y encontraron que el valor promedio de éstos compuestos fue de  $96.20 \text{ mg EAG} \cdot (100 \text{ g de semilla fresca})^{-1}$ . Estos datos respaldan la factibilidad de utilizar la semilla de mango como ingrediente alimenticio funcional o su aplicación en pre-tratamientos durante el procesado de alimentos.

Es importante resaltar que aunque los extractos de la semilla de mango presentan una actividad antioxidante potente; éstas generalmente se desechan como residuos durante la elaboración y el consumo de la fruta de mango (Barreto *et al.*, 2008).

**Tabla 1.** Contenido de fenoles totales y actividad antioxidante de algunas semillas de frutas.

Semilla	Contenido de fenoles totales (mg/100 g de muestra fresca)	Actividad antioxidante AEAC ( $\mu\text{mol/g}$ )
Semilla de mango var. <i>Keaw</i> <sup>a</sup>	$98.7 \pm 8.8$	n.d.
Semilla de mango <sup>b</sup>	$117.0 \pm 13.5$	$762.0 \pm 72.9$
Semilla de tamarindo <sup>b</sup>	$94.5 \pm 4.9$	$698.0 \pm 30.3$
Semilla de aguacate <sup>b</sup>	$88.2 \pm 2.2$	$236.1 \pm 45.1$
Semilla de Yaca <sup>b</sup>	$27.7 \pm 3.4$	$7.4 \pm 2.0$

<sup>a</sup> (Kittiphoom y Sutasinee, 2013). <sup>b</sup> (Soong y Barlow, 2006). n.d. no disponible

## **2.4. Secado de alimentos**

**2.4.1. Importancia del secado.** El secado es un método de conservación de alimentos en el que se elimina agua mediante tratamientos térmicos para reducir la actividad de agua del alimento y evitar el desarrollo microbiano, así como las reacciones químicas deteriorativas (Fellows, 2009). Este método ha sido uno de los más empleados para conservar frutas, vegetales, carnes y pescado. En el secado se reduce significativamente el peso y el volumen del alimento, lo que consecuentemente disminuye los costos de transporte y almacenamiento de estos productos. El secado también permite la transformación de estos productos en materias primas adecuadas para el mezclado y formulación de nuevos productos, como es el caso de las sopas deshidratadas, frutas, cereales para el desayuno, salsas, jugos, purés, entre otros. Por otra parte, el secado puede llegar a provocar cambios indeseables en los alimentos afectando sus propiedades nutritivas y funcionales. Por tal motivo, se realizan investigaciones orientadas a minimizar estos aspectos negativos en los productos deshidratados.

**2.4.2. Secado por aspersion.** El secado por aspersion es una técnica de deshidratación denominada también atomización, rocío o *spray*, que se define como una operación unitaria en la que una corriente líquida (disolución, suspensión o emulsión) se divide en gotas muy finas dentro de una cámara de secado para entrar en contacto con aire caliente y secarse en forma de partículas finas. Posteriormente estas partículas se separan del medio secante a través de un ciclón o filtro de bolsa. A continuación, el producto seco, con un contenido de humedad que está usualmente por debajo del 5%, se coloca en un recipiente y se sella herméticamente. Las gotas asperjadas suelen tener diámetros del orden de 10 a 20  $\mu\text{m}$  y por lo tanto, en este proceso se crea un área superficial por unidad de volumen muy grande, lo que genera un proceso de secado muy rápido (Brennan *et al.*, 1998). Este tipo de secado se utiliza en la deshidratación de leche, jugos, café, papillas y pastas.

**2.4.2.1. Fundamentos del secado por calor.** Cuando un sólido húmedo se somete a un secado térmico ocurren dos procesos simultáneamente: 1) la transferencia de calor para aumentar la temperatura del sólido húmedo y evaporar el contenido de humedad, y 2) la transferencia de masa

en forma de humedad interna hacia la superficie del sólido y su subsecuente evaporación. Considerando esto, la rapidez del secado es consecuencia de la velocidad a la que ocurren estos dos procesos.

La transferencia de calor ocurrirá a través del flujo de calor, como resultado de la convección, la conducción o la radiación, y en ciertos casos como el resultado de la combinación de cualquiera de estos tres fenómenos. Por otro lado, la transferencia de masa desde un sólido húmedo hacia el aire secante dependerá de dos mecanismos. El primero consiste en el movimiento interno de humedad en el sólido, que es una función de la naturaleza física interna del sólido y de su contenido de humedad. El segundo considera el movimiento de vapor de agua desde la superficie del material hacia el aire secante como resultado de las condiciones externas de temperatura, humedad del aire, área de exposición y presión flotante.

**2.4.2.2. Componentes de un secador por aspersión.** Los principales componentes de un secador por aspersión de una etapa se muestran en la Figura 1. El aspirador (L) hace circular aire primero a través del filtro (A), luego a través del calentador eléctrico (B) hasta la cámara de secado (C). La bomba (D) lleva la alimentación del tanque (E) al aspersor (F). Éste último asperja el fluido alimentado en un conjunto de pequeñas gotas que después entran en contacto con el aire caliente en la cámara de secado (C). La mayor parte del polvo seco se retira de la cámara a través del colector 1 (H). El aire sale de la cámara de secado a través del conducto (I) y pasa a través de uno o más separadores de polvo (J) para recuperar el polvo fino a través del colector 2 (K) transportado por el aire.

**2.4.2.3. Parámetros críticos en el secado por aspersión.** El diseño de un proceso de secado por aspersión incluye el establecimiento de las condiciones de operación que aumenten la recuperación del producto y produzcan un producto terminado con una especificación de calidad adecuada. Las condiciones de operación se definen como las variables que deben controlarse en el proceso como son la temperatura, el flujo y la concentración de la alimentación, la temperatura del aire secante a la entrada y salida de la cámara de secado, y la velocidad de flujo del aire secante a la entrada



Candelas-Cadillo *et al.* (2005) en el secado por aspersión de puré de jitomate comercial, evaluaron el efecto de la temperatura del aire secante a la entrada (170 y 180 °C) y de la concentración de maltodextrina (80 y 100% en base a sólidos de jitomate). Durante el proceso se ajustó la velocidad de alimentación de manera que la temperatura del aire a la salida estuviera en alrededor de 80 °C. Los autores reportaron que el mejor tratamiento fue el que utilizó una temperatura de 180 °C y 100% de maltodextrina, ya que a esas condiciones se observó la mayor estabilidad del licopeno a la oxidación e isomerización presentes en los polvos, así como las mejores propiedades de color.

En este mismo estudio, Candelas-Cadillo *et al.* (2005), reportaron una pérdida de 14.5% de *all-trans*-licopeno en el jugo de jitomate formulado con maltodextrina al 100% (con respecto a sólidos solubles) y secado por aspersión a una temperatura de 180 °C. Dado que los autores no detectaron la presencia de isómeros *cis* de licopeno, ellos concluyeron que el principal mecanismo por el que se presenta la degradación de licopeno es la oxidación. Goula y Adamopoulos (2005b) reportaron pérdidas de licopeno de entre 9 y 16% durante el secado de una pulpa comercial de jitomate con una concentración de sólidos de 14% y temperaturas del aire de entrada a la cámara de secado en el intervalo de 110 a 140 °C.

Por otro lado, Goula y Adamopoulos (2004a) evaluaron dos parámetros durante el secado por aspersión de puré de jitomate; la concentración de sólidos en la alimentación y la humedad del aire secante. En ambos casos, las variables de respuesta fueron la humedad del producto, el tamaño de partícula, así como la eficiencia térmica y de evaporación. A partir de estos resultados se seleccionó una temperatura del aire secante en el intervalo de 130 y 140 °C, debido a que en este intervalo se produjo la mayor eficiencia térmica y de evaporación para un contenido de sólidos totales de 22%.

Checa-Peralta (2013) reportó un proceso de secado por aspersión de un jugo de jitomate con 23% y 14% de sólidos totales, a partir de la adición de maltodextrina en una relación de 3.1:1 (maltodextrina : Sólidos totales), un flujo de alimentación de 1.5 mL/min, una presión de asperjado de 2.5 bar y una temperatura de aire secante a la entrada y a la salida de 135 °C y 85 °C, respectivamente. En este trabajo Checa-Peralta (2013) obtuvo polvos con un contenido de humedad

entre el 5 y 7%. Las mediciones de color realizadas al producto rehidratado con 14% de sólidos mostraron un valor de  $L^*$  y  $b^*$  sin cambios y un valor de  $a^*$  que disminuyó. Mientras que las mediciones de color realizadas al producto rehidratado con 23% de sólidos mostraron un valor de  $L^*$  sin cambios y con valores de  $a^*$  y  $b^*$  que disminuyeron. En ambos casos en los que  $a^*$  disminuyó el autor atribuyó este comportamiento a una degradación de licopeno.

**2.4.4. Coadyuvantes de secado.** Cuando los materiales a deshidratar contienen azúcares y ácidos orgánicos de bajo peso molecular, como es el caso del jitomate, y se someten a un secado por aspersión, la matriz sólida resultante llega a un estado amorfo metaestable que es muy sensible a los cambios de temperatura y de contenido de humedad. Esta matriz amorfa es altamente susceptible a diversos fenómenos; entre ellos, la plastificación por la presencia de agua, cambios relacionados con la transición vítrea, incluida la pegajosidad, el apelmazamiento y el colapso (Venir *et al.*, 2007), así como a cambios de color (Acevedo *et al.*, 2006).

La temperatura por arriba de la cual los sólidos amorfos duros se transforman en materiales suaves y gomosos se denomina *temperatura de transición vítrea* ( $T_g$ ). Este estado gomoso, denominado *pegajosidad*, provoca la adhesión de material a la superficie del secador, lo que conduce a un bajo rendimiento de producto seco (Bhandari y Howes, 1999). Los azúcares y ácidos de peso molecular bajo tienen temperaturas de transición vítrea muy bajas y son muy higroscópicos (Roos y Karel, 1991).

Para superar el problema de la *pegajosidad* durante el secado de jugos de frutas, debido a un valor bajo de  $T_g$ , al jugo se le añaden aditivos con una  $T_g$  alta. La maltodextrina y la goma arábiga contribuyen a alcanzar una  $T_g$  mayor del material a secar (Roustapour *et al.*, 2006), por lo que se utilizan como coadyuvantes para minimizar la pegajosidad superficial de los compuestos con una  $T_g$  baja durante el secado por aspersión (Adhikari *et al.*, 2004).

Las maltodextrinas y las gomas también se añaden para la formulación de alimentos en polvo con el fin de actuar como materiales encapsulantes o de pared, contribuyendo a mantener las propiedades

funcionales deseadas en el producto terminado, como la estabilidad contra la oxidación, facilidad de manejo, solubilidad mejorada, liberación controlada y vida útil prolongada (Claude y Ubbink, 2006). También se pueden utilizar otros agentes encapsulantes como el alginato, la carboximetilcelulosa, el suero de leche y el caseinato de sodio (Yousefi *et al.*, 2011).

Young *et al.* (1993) estudiaron el efecto del concentrado proteico de suero lácteo (10 a 30%) en la eficiencia y el rendimiento de la microencapsulación de grasa anhidra de leche mediante secado por aspersión con una carga de grasa de 25 a 75%. Los rendimientos obtenidos fueron de más del 90% para todos los sistemas evaluados. Esto se atribuyó a la migración preferencial de las moléculas de proteína a la interface gota-aire, y la transformación subsiguiente de la película fina rica en proteínas a un estado vítreo no pegajoso tras el secado. Esta película reduce la pegajosidad partícula-partícula y partícula-pared (Adhikari *et al.*, 2009).

De lo anterior, se puede establecer que los coadyuvantes de secado cumplen con dos funciones principales. Los coadyuvantes se pueden utilizar como materiales de encapsulación durante el secado por aspersión para proteger los nutrientes y los componentes bioactivos presentes en los alimentos de la luz, aire, temperatura, etc. (Murugesan y Orsat, 2011). Además estas sustancias se emplean para reducir la pegajosidad de partículas en las paredes de la cámara de secado al aumentar la temperatura de transición vítrea, Tg.

**2.4.5. Cambio del color con el procesamiento de alimentos.** Cuando un fruto es procesado se modifican diversos factores físicos y químicos, entre ellos el color. Este último es uno de los atributos más importantes para la determinación de la vida útil de un producto y es una cualidad muy apreciada por el consumidor. El secado promueve la oxidación no enzimática del jitomate en diferentes grados. Existen básicamente tres tipos de reacciones no enzimáticas asociadas con los cambios de color en los alimentos deshidratados: (1) las reacciones de azúcares reductores y aminoácidos (reacciones de Maillard), (2) reacciones de oxidación, como la conversión de fenoles en quinonas, y (3) la degradación de los pigmentos (Cortés y Chiralt, 2008).

Los pigmentos sufren deterioro por factores físicos y químicos durante los diferentes procesos de secado. La exposición a la luz, a las temperaturas elevadas, así como a la presencia de oxígeno y pH extremos (Schwarzbatch y Masters, 2001), contribuyen al deterioro de los pigmentos. Shi *et al.* (1999) proponen el uso de coadyuvantes de secado que proveen una matriz de soporte al jitomate durante el secado y permiten la formación de polvos de flujo libre sin cambiar o enmascarar el sabor original.

## **2.5. Espectroscopía infrarroja**

**2.5.1. Fundamentos.** Cuando la materia se expone a la radiación electromagnética, ésta puede ser absorbida, transmitida, reflejada o dispersada. Cuando la luz incidente interactúa con la materia y es absorbida surge lo que se conoce como espectroscopía de absorción. La absorción de energía electromagnética de diferentes longitudes de onda produce diferentes estados excitados en las moléculas. De acuerdo a la energía de la luz incidente, la espectroscopía de absorción puede ser ultravioleta (UV), visible (V), o espectroscopía de absorción infrarroja (IR).

La región IR comprende el intervalo espectral de 780 nm a  $1 \times 10^6$  nm. Esta región se divide en tres zonas, (Figura 2): 1) IR Cercano (NIR); 2) IR Medio (MIR); y 3) IR lejano (FIR). La espectroscopía de infrarrojo es capaz de provocar cambios en los movimientos vibracionales de las moléculas induciendo absorción por parte de la muestra que depende del tipo de enlaces y grupos funcionales presentes en la misma. Estas bandas de absorción han sido utilizadas en el análisis cualitativo y cuantitativo de diversas moléculas debido a la identificación y atribución de estas bandas a grupos químicos específicos (Stuart, 2004).

**2.5.2. Espectroscopía de infrarrojo medio (MIR).** La espectroscopía MIR es una técnica que mide la absorción de luz por una muestra en el intervalo MIR ( $\sim 400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$ ) del espectro electromagnético, que corresponden a cambios en el estado vibracional de las moléculas. Cuando las moléculas absorben energía MIR experimentan vibraciones tales como, estiramientos, doblamientos, torsión, balanceo y movimientos de tijeras que se reflejan en uno o más





orgánicos, porque la mayoría de estos grupos presentan absorciones características y relativamente invariantes a dichas longitudes de onda.

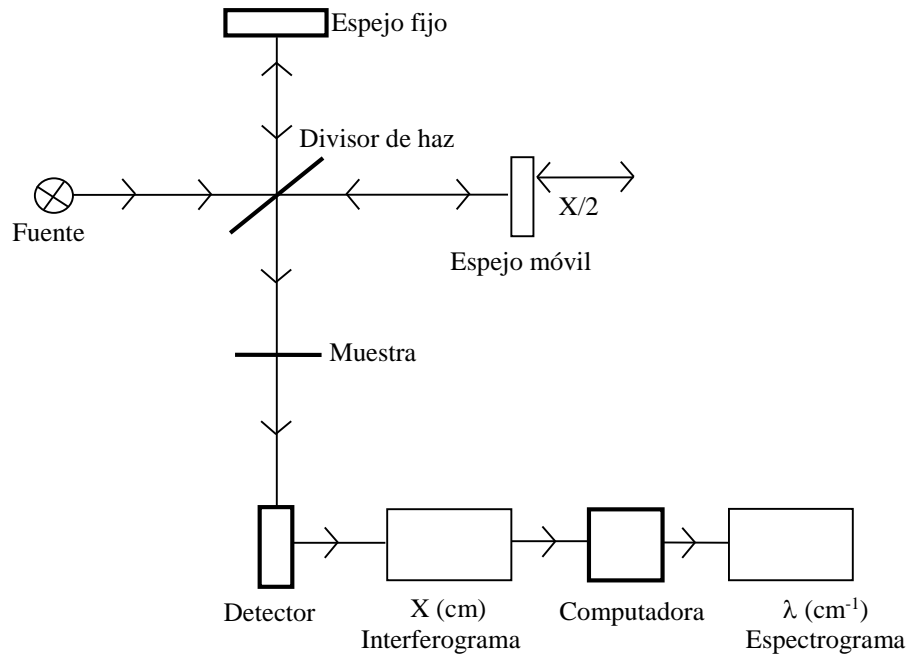
En la región del espectro comprendida entre  $1200\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ , en general aparecen un número abundante de bandas que dificultan una interpretación completa. Estas bandas representan vibraciones de tensión características de algunos enlaces sencillos, vibraciones moleculares, así como sobretonos y vibraciones combinadas. En este intervalo, la asignación de bandas de absorción a determinadas vibraciones moleculares es muy difícil de realizar. Esta zona es la denominada *huella dactilar*, característica de cada compuesto, en la que pequeñas diferencias en la estructura de la molécula dan lugar a variaciones muy importantes en los máximos de absorción.

En la región MIR se pueden observar cambios en las bandas de absorción asociadas con la adición de algunos compuestos o la degradación de otros por algún tratamiento dado. Por ello, en esta región se pueden identificar los grupos funcionales de las moléculas contenidas en los alimentos por el incremento o decremento de bandas espectrales (Meza-Márquez *et al.*, 2012).

**2.5.3. Espectroscopía de Infrarrojo con transformada de Fourier.** La espectroscopía FTIR es una técnica que permite obtener un espectro de infrarrojo con mayor rapidez, debido a que la información de todas las frecuencias de infrarrojo se toman al mismo tiempo (Luykx y Van Ruth, 2008). El espectrómetro FTIR tiene las siguientes características:

Básicamente el FTIR consta de tres elementos básicos, 1) una fuente luminosa, 2) el interferómetro de Michelson (consiste de un divisor de haz, un espejo fijo y un espejo móvil) y 3) un detector (Figura 3). Su funcionamiento es el siguiente: un haz colimado, proveniente de una fuente que emite en toda la región infrarroja, incide sobre un divisor de haz. El haz incidente se divide en dos haces perpendiculares de igual energía, uno de los cuales se refleja en el espejo fijo y el otro en el espejo móvil. El cambio de posición del espejo móvil provoca que ambos haces estén desfasados como consecuencia de la diferencia de las trayectorias ópticas. Los haces reflejados por ambos espejos se recombinan al llegar al divisor de haz. Esto da lugar a una interferencia, la cual puede

ser constructiva o destructiva dependiendo de la posición relativa del espejo móvil con respecto del espejo fijo (Griffiths y De Haseth, 2007).

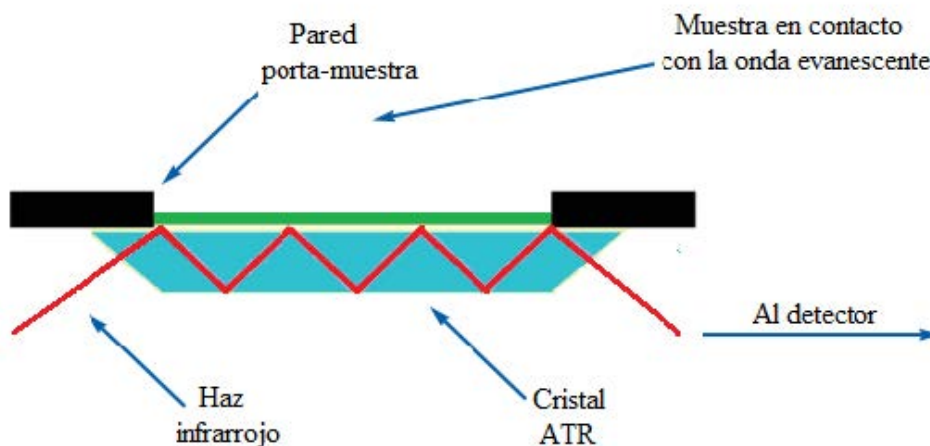


**Figura 3.** Esquema básico del funcionamiento de un espectrómetro de infrarrojo medio de transformada de Fourier (FTIR).

El haz resultante pasa a través de la muestra, en donde sucede una absorción selectiva de longitudes de onda, en función de la composición de la muestra y, finalmente, llega al detector. La información recabada por el detector se utiliza para obtener el interferograma, que es una representación de la intensidad de la señal en función del tiempo. Una computadora desarrolla el cálculo aproximado de la transformada de Fourier del interferograma, en el que el dominio del tiempo se convierte en el de la frecuencia, obteniendo el espectro IR. Las principales ventajas de los instrumentos de transformada de Fourier radican en ser altamente sensibles y poseer una velocidad de adquisición espectral alta.

**Muestreo por reflectancia total atenuada.** La técnica de reflectancia total atenuada (ATR, por sus siglas en inglés) se basa en el hecho de que cuando la radiación electromagnética se propaga a determinado ángulo de incidencia hacia un cristal con un alto índice de refracción, la radiación es reflejada en su totalidad (*reflexión total interna*) (Figura 4) creando una *onda evanescente* en cada punto de reflexión sobre el cristal (Aguilar *et al.*, 2010). Esta onda penetra a corta distancia de la superficie del cristal interactuando sobre la muestra (menor índice de refracción) que se mantiene en contacto con la cara superior del cristal. Esta interacción resulta en la absorción de la radiación por la muestra y la consecuente atenuación de la señal de entrada (reflectancia total atenuada) de aquellas regiones del espectro IR en las que la muestra absorbe energía. La radiación atenuada regresa para atravesar el cristal y dirigirse hacia el detector se registra el interferograma y finalmente se genera el espectro IR del analito (Da-Wen Sun, 2009).

Aunque hay una variedad de materiales disponibles para ATR como ZnSe y germanio, los cristales de diamante son más robustos, prácticamente inertes y resistentes a la degradación química de los disolventes tras el lavado después de cada análisis, pero de mayor precio.



**Figura 4.** Representación de un porta-muestras de ATR (Tomado de: [https://shop.perkinelmer.com/content/technicalinfo/tch\\_ftiratr.pdf](https://shop.perkinelmer.com/content/technicalinfo/tch_ftiratr.pdf)). Consultado el 8 de febrero de 2017.

**Detectores.** La función del detector es convertir la intensidad de la luz recibida a una señal eléctrica. El detector comúnmente utilizado en equipos de transformada de Fourier es un cristal de

sulfato de triglicina deuterado, que es muy simple y económico pero tienen una respuesta relativamente lenta y una sensibilidad baja. Otro detector que también puede ser utilizado es un cristal de telurio de mercurio y cadmio, que es más sensible y más rápido que los detectores anteriores y en consecuencia proporcionan un espectro con una relación señal a ruido más grande. La desventaja de este detector es que se satura fácilmente y es muy sensible a la temperatura por lo que requiere de enfriamiento con nitrógeno líquido. Un enfriamiento incorrecto resulta en una señal con mucho ruido. Además los detectores de telurio de mercurio y cadmio cuestan más que los detectores de sulfato de triglicina deuterado.

**Aplicación de la técnica FTIR-ATR.** La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) en su modalidad de muestreo por reflectancia total atenuada (ATR) es una técnica utilizada para la identificación estructural o determinación cualitativa de la “huella digital” de diversos compuestos orgánicos. Las frecuencias características de los grupos funcionales en esta región MIR son importantes para el análisis cualitativo de la estructura y contribuye en gran medida en la elucidación total de las moléculas estudiadas. Además de lo anterior, la intensidad de absorción infrarroja contribuye al análisis cuantitativo, pues esta intensidad es proporcional a la concentración de sus respectivos grupos funcionales (Teniza-García *et al.*, 2008).

Uno de los usos más recientes de FTIR-ATR es en la cuantificación de compuestos químicos en mezclas complejas, por ejemplo en el área de alimentos. En este caso se utiliza una técnica de análisis multivariable como *PLS*. A continuación se hace una descripción de esta técnica, debido a que se utilizó en este proyecto.

## **2.6. Análisis Multivariable y espectroscopía FTIR-ATR**

**2.6.1. Análisis multivariable.** El Análisis Multivariable es un conjunto de métodos estadísticos y matemáticos, destinados a describir e interpretar los datos que resultan de observar más de una variable estadística sobre una muestra de individuos (Cuadras, 2007). Estos métodos de análisis multivariable permiten extraer la máxima información química del análisis de muestras a partir de

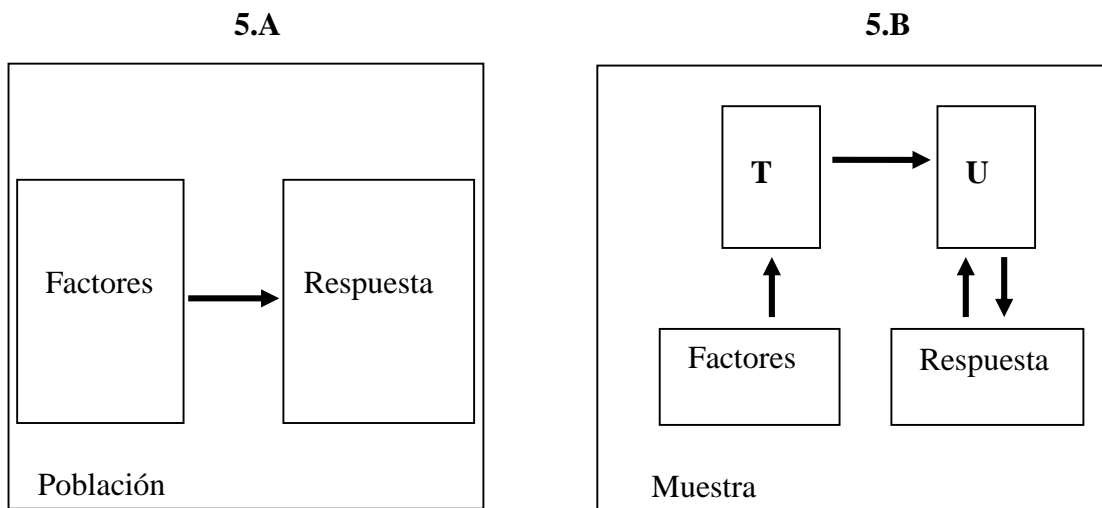
una gran cantidad de señales o respuestas instrumentales con muy poca selectividad (Forina *et al.*, 1987).

**2.6.2. Fundamentos.** Los espectros de FTIR-ATR contienen información química y física de todos los componentes de la muestra. Sin embargo, la información analítica contenida en las bandas de absorción ampliamente sobrepuestas de los espectros es poco selectiva y está influenciada por una serie de variables físicas, químicas y estructurales. Las diferencias entre muestras pueden causar diferencias espectrales muy leves que son difíciles de distinguir a simple vista. Estas dificultades, además de la gran cantidad de espectros que pueden obtenerse en poco tiempo con los instrumentos actuales de MIR, hacen de la interpretación y uso de los datos obtenidos de FTIR-ATR una tarea compleja. Los métodos quimiométricos recientes que emplean el análisis multivariable basado en espectroscopía FTIR-ATR pueden utilizarse para realizar estos análisis simplificando significativamente el trabajo (Sun, 2009).

El principio básico que rige las aplicaciones cuantitativas de los métodos espectroscópicos es el hecho de que la magnitud medida es proporcional a la concentración del analito y que las constantes de proporcionalidad deben ser determinadas experimentalmente. Este tipo de proceso, conocido como calibración, requiere la presencia de dos tipos de variables, las independientes (absorbancias medidas a distintos números de onda,  $x$ ) y las dependientes (parámetros o propiedad a predecir,  $y$ ). La ecuación matemática resultante es el modelo de calibración cuantitativo utilizado para la determinación de la concentración de analitos en nuevas muestras a partir de sus correspondientes espectros de FTIR-ATR. Para la calibración se pueden emplear una variedad de algoritmos, entre los que destaca el método de regresión por mínimos cuadrados parciales (*PLS*).

**2.6.3. Método *PLS*.** El método *PLS* es un método de calibración multivariable capaz de relacionar la concentración de los analitos en una muestra con los espectros medidos de dichas muestras (o porciones de ellos) (Seasholtz *et al.*, 1989). El objetivo de la regresión por *PLS* es predecir un conjunto de variables dependientes (por ejemplo, la concentración de un analito) a partir de un conjunto de variables independientes o predictores (por ejemplo, los espectros de IR).

La Figura 5 muestra un esquema del método. El objetivo que se plantea en el diagrama es utilizar los factores para predecir las respuestas en la población (Figura 5.A). Esto se logra indirectamente (Figura 5.B) mediante la extracción de variables auxiliares, llamadas variables latentes, **T** y **U** a partir de los factores (**X**) y respuestas (**Y**) muestreados, respectivamente. Los factores extraídos **T** (llamados puntajes de **X**) se usan para predecir las respuestas **U** (llamados puntajes de **Y**). Posteriormente se usan los puntajes de **Y** predichos para construir las predicciones para las respuestas (**Y**), (Tobias, 1995).

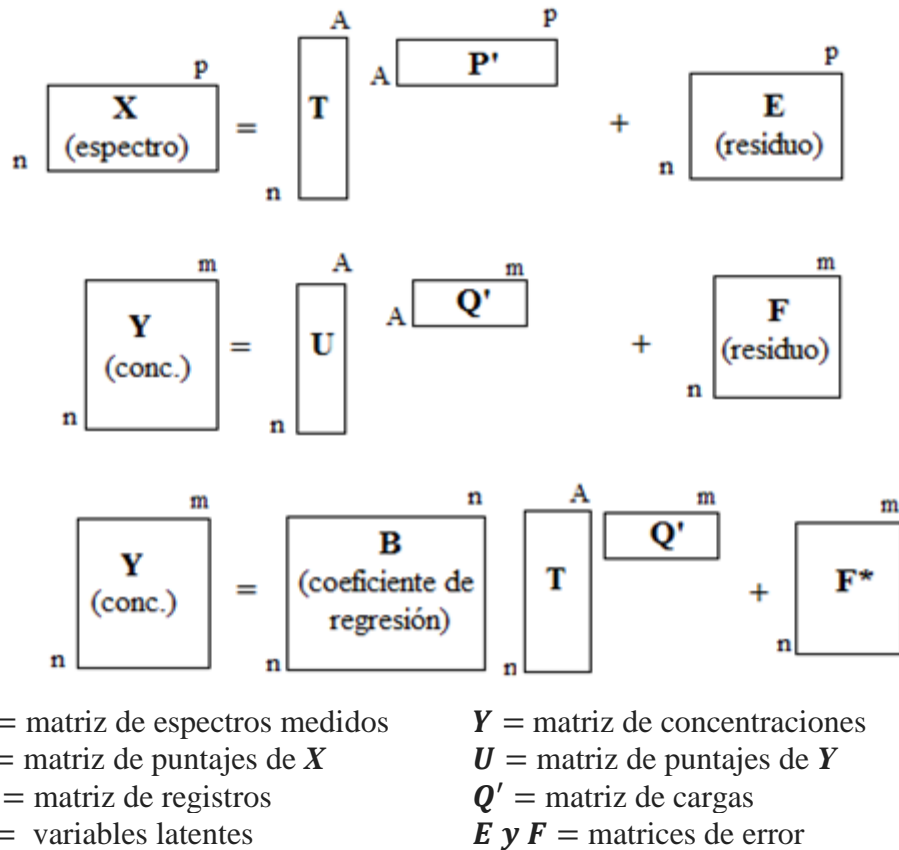


**Figura 5.** Modelación indirecta mediante el algoritmo de regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS).

Para un número  $n$  de muestras, sus espectros correspondientes a  $p$  longitudes de onda de la región espectral seleccionada, así como la concentración de  $m$  analitos en cada muestra, se generan las matrices de datos  $\mathbf{X}(n, p)$  con los datos espectrales y  $\mathbf{Y}(n, m)$  con los datos de concentración:

$$\mathbf{X} = \begin{pmatrix} x_{11} & \cdots & x_{1p} \\ x_{21} & \cdots & x_{2p} \\ \cdots & \cdots & \cdots \\ x_{n1} & \cdots & x_{np} \end{pmatrix} \quad \text{y} \quad \mathbf{Y} = \begin{pmatrix} y_{11} & \cdots & y_{1m} \\ y_{21} & \cdots & y_{2m} \\ \cdots & \cdots & \cdots \\ y_{n1} & \cdots & y_{nm} \end{pmatrix}$$

De acuerdo al algoritmo *PLS* cada una de las matrices  $X$  y  $Y$  se descomponen simultáneamente en una suma de  $A$  variables latentes, como se muestra en la Figura 6 (Araujo-Andrade *et al.*, 2005).



**Figura 6.** Representación gráfica del método *PLS*.

Esta Figura presenta las ecuaciones básicas que dan lugar al modelo de regresión lineal, Ecuación 1. La deducción del modelo de regresión lineal está fuera del alcance de este proyecto, pero en la literatura se pueden consultar una variedad de trabajos que explican la forma en cómo se genera el modelo (Haaland y Thomas, 1988; Geladi y Kowalski, 1988).

Para un total de  $n$  muestras,  $A$  variables latentes,  $p$  canales en el espectro y  $m$  analitos, la dimensionalidad resultante para las matrices de la Figura 6 es:  $T(n, A)$  y  $U(n, A)$ ,  $P'(A, p)$  y  $Q'(A, m)$ . La descomposición de ambas matrices no es independiente, sino que se realiza de forma



simultánea, estableciéndose una relación interna entre los registros de los bloques  $X$  y  $Y$ . A partir de aquí se calcula el valor de  $Y$ :

$$Y = BTQ' + F^*, \quad \text{Ecuación 1}$$

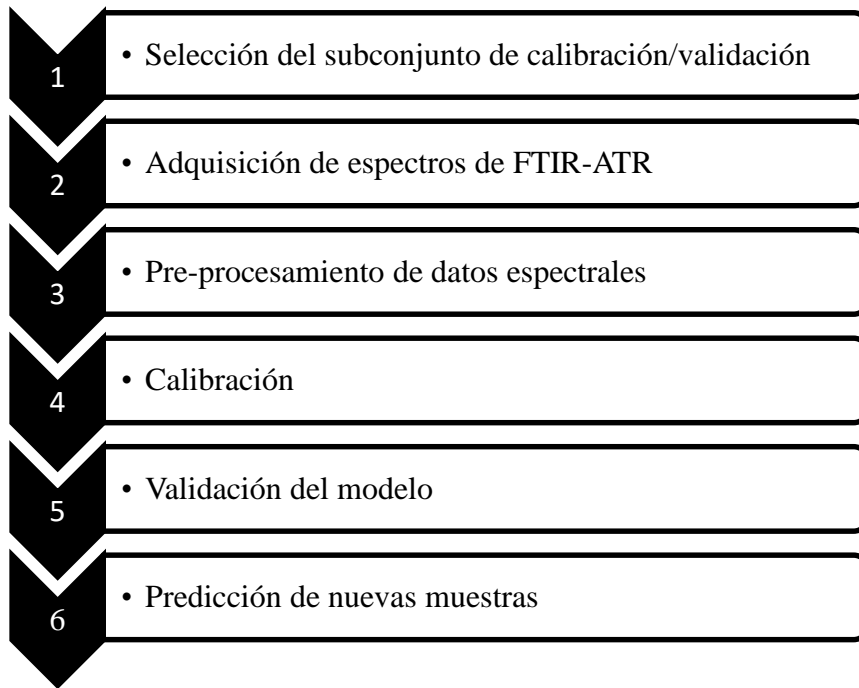
Donde el modelo *PLS* expresa la relación entre un conjunto de predictores  $X(n, p)$  y una variable  $Y(n, m)$  donde  $B(n, n)$  es el vector de coeficientes de regresión del modelo *PLS* y  $F^*(n, m)$  es el vector de errores que no pueden ser explicados por el modelo (Centner *et al.*, 1996).

El algoritmo *PLS* busca un mínimo de variables latentes que expliquen la mayor parte de la variación tanto en los predictores como en las respuestas (Rossel *et al.*, 2006). La suposición básica de estos modelos es que el sistema o proceso estudiado depende de un número pequeño de variables latentes que son estimadas como combinaciones lineales de las variables observadas (Tobias, 1995; Alciaturi *et al.*, 2003).

**2.6.4. Construcción del modelo de calibración multivariable.** El objetivo de los métodos de calibración multivariable es establecer modelos de calibración que sean capaces de predecir el valor de la propiedad estudiada para nuevas muestras a partir de la señal analítica correspondiente. Para que estas predicciones sean confiables, el modelo se debe construir siguiendo una serie de etapas que se describen más adelante.

Previamente se debe formar un conjunto de muestras representativas de toda la variabilidad química y física de la población. Para los modelos cualitativos, el conjunto de muestras deberá recoger la variabilidad en el tamaño de partícula, densidad, proveedor, color, etc. Para modelos cuantitativos, además de la variabilidad mencionada deberán cubrir el intervalo de valores del parámetro a determinar; por ejemplo, la concentración del analito. A este conjunto de muestras se les determinan los valores de la propiedad físico-química de interés, comúnmente denominados valores de referencia. Para ello se utilizan métodos de análisis validados, denominados métodos de referencia, que deben proporcionar valores precisos y exactos, ya que de ellos dependerá la calidad

del modelo a desarrollar. Posteriormente se inicia con el proceso de modelado con los pasos que se muestran en la Figura 7 y que se comentan a continuación.



**Figura 7.** Proceso para la construcción del modelo multivariable mediante el algoritmo de regresión de mínimos cuadrados parciales (*PLS*) acoplado a espectroscopía FTIR-ATR.

**1) Selección del subconjunto de calibración y de validación.** A partir del total de datos espectrales y de datos de concentración del analito se debe hacer una selección para formar el subconjunto de datos de calibración y el subconjunto de datos de validación. El primer grupo de datos se utiliza para construir el modelo de calibración y el segundo para evaluar la capacidad predictiva del modelo.

**2) Adquisición de espectros de ATR-FTIR.** La información química se extrae de alguna fuente instrumental, como un espectrómetro de infrarrojo. Todas las muestras (calibración y validación) deberán registrarse en el mismo equipo siguiendo el mismo protocolo de análisis. Previo al registro

de cualquier muestra es necesario tomar un espectro sin muestra, que se utilizará como espectro de referencia.

**3) Pre-procesamiento de datos espectrales.** El pre-procesamiento de datos consiste de una serie de tratamientos matemáticos que se aplican con el propósito de minimizar las contribuciones no deseadas presentes en la señal analítica que disminuyen la reproducibilidad y pueden provocar que el sistema presenta comportamientos que darían lugar a estimaciones erróneas de los parámetros deseados (Blanco y Villarroya, 2002).

**4) Calibración.** La calibración consiste en someter al subconjunto de datos de calibración al algoritmo de calibración multivariable *PLS*. El propósito de la calibración es obtener un modelo matemático que permita correlacionar el valor de la propiedad físico-química con la señal analítica para fines predictivos. Esto, en muchas situaciones implica un estudio complejo de la matriz de datos analíticos obtenidos, ya que no siempre es necesaria la utilización de toda la información registrada.

**5) Validación del modelo.** La validación consiste en aplicar el modelo construido a un nuevo conjunto de muestras, denominado subconjunto de validación. El propósito de la validación es predecir los valores de las variables dependientes y evaluar la calidad de su capacidad predictiva. De estas muestras se conoce la propiedad a determinar, la cual debe estar dentro del intervalo de las muestras de calibración.

**6) Predicción de nuevas muestras.** Con el modelo construido y validado, se calcula la propiedad estudiada en nuevas muestras a las que previamente se ha registrado la señal analítica.

**2.6.5. Pre-procesamientos de datos espectrales.** Para la eliminación de las contribuciones no deseadas a la señal del analito, se utilizan tratamientos matemáticos que se aplican antes de hallar la relación señal-concentración para mejorar la calidad de los datos. Los más comunes se detallan a continuación:

**a) Promedio de espectros.** El ruido instrumental es aleatorio por lo que al promediar  $n$  señales analíticas obtenidas a partir de una misma muestra, la relación señal/ruido aumenta en un factor  $n^{1/2}$ . Sin embargo puede no ser suficiente para disminuir el ruido de frecuencia alta en aquellos casos en que la relación señal/ruido es pequeña. En estos casos es necesario aplicar otros algoritmos sobre los espectros que la minimicen.

**b) Corrección de la línea base.** Es un método empleado para eliminar el efecto del nivel de la línea de base. Para ello se emplean, ya sea uno a varios puntos del intervalo espectral para los que no existan variaciones significativas y se lleva a cabo la sustracción de ese(os) valor(es) a cada punto de la señal. La corrección simplemente mueve el espectro hacia arriba o abajo mediante la eliminación de la línea base. Las variaciones en la línea base de los espectros pueden producirse de forma no lineal provocando los llamados efectos de deriva.

**c) Centrado a la media.** El centrado de la media es una técnica que consiste en sustraer a cada espectro individual el espectro medio del conjunto de datos. Para ello se resta la media de cada variable ( $\bar{x}_j$ ) al valor de absorbancia correspondiente de cada fila ( $x_{i,j}$ ), como se muestra en la Ecuación 2.

$$x_{i,j}^{MC} = x_{i,j} - \bar{x}_j \quad \text{Ecuación 2}$$

Este pre-tratamiento permite eliminar la información de intensidad absoluta de cada variable, garantizando que la variación de los datos es interpretada en función de la media.

**d) Autoescalado.** Es una técnica que consiste en aplicar primero un centrado de los espectros, sustrayendo la media de cada variable ( $\bar{x}_j$ ) al valor de la absorbancia correspondiente de cada fila ( $x_{i,j}$ ). Posteriormente, se divide el resultado por la desviación estándar de la variable ( $\sigma_j$ ), como se indica en la Ecuación 3, de forma que se iguala la varianza de todas las variables. La particularidad de los datos autoescalados es que cada variable tiene una media igual a 0 y una desviación estándar de 1.

Otros pre-tratamientos de datos comunes son los métodos de normalización como la variable normal estándar (SNV), la corrección de dispersión multiplicativa (MSC), los métodos derivativos (como el método de Savitzky-Golay) y la Corrección Ortogonal de Señal (OSC).

$$x_{i,j}^{AS} = \frac{x_{i,j} - \bar{x}_j}{\sigma_j} \quad \text{Ecuación 3}$$

**e) Variable Normal Estándar (SNV).** El pretratamiento de la SNV (Barnes *et al.*, 2005) permite la corrección de los efectos de la dispersión de la luz y del tamaño de partícula; aunque también provoca la reducción de las diferencias en las intensidades globales de las señales. La SNV equivale a un autoescalado por filas, ya que opera individualmente sobre cada espectro, centrándolo a una media igual a cero y una desviación estándar igual a uno. Para conseguirlo, cada valor de absorbancia ( $x_{i,j}$ ) se transforma de acuerdo con la Ecuación 4, donde ( $\bar{x}_i$ ) es la absorbancia media para cada espectro y ( $\sigma_i$ ) es su desviación estándar.

$$x_{i,j}^{SNV} = \frac{x_{i,j} - \bar{x}_i}{\sigma_i} \quad \text{Ecuación 4}$$

**f) Suavizado espectral.** El suavizado es una operación que realiza una reducción del ruido aleatorio existente en la señal instrumental. La técnica más utilizada es la propuesta por Savitzky y Golay (1964). Consiste en calcular una regresión polinomial local de grado  $n$ , utilizando por lo menos  $n + 1$  puntos del espectro, con la cual se calculan los nuevos puntos del espectro. Los métodos de suavizado se basan en el uso de una ventana móvil, de un número fijo de puntos ( $n + 1$ ), que debe ser impar y  $\geq 3$ . Además es importante una correcta optimización del tamaño de ventana, si el tamaño es demasiado pequeño no suavizará el ruido correctamente, mientras que si es demasiado grande puede conllevar la pérdida de información relevante.

**g) Primera y segunda derivada.** El cálculo de las derivadas permite incrementar la resolución de las bandas espectrales y a disminuir los problemas debidos a diferencias en la línea base de los espectros. La primera derivada elimina los términos constantes a todas las longitudes de onda, es

decir, desplazamientos de la línea base; la segunda derivada elimina el ruido de fondo lineal y constante. Las derivadas de orden superior no son comunes porque a medida que crece el orden de la derivada se incrementa la complejidad de la señal y se amplifica el ruido. El algoritmo de diferenciación más utilizado es el de Savitzky-Golay. El uso de las derivadas disminuye el valor de la relación señal-ruido, por esta razón, se recomienda realizar un suavizado de la señal antes de la diferenciación de los datos.

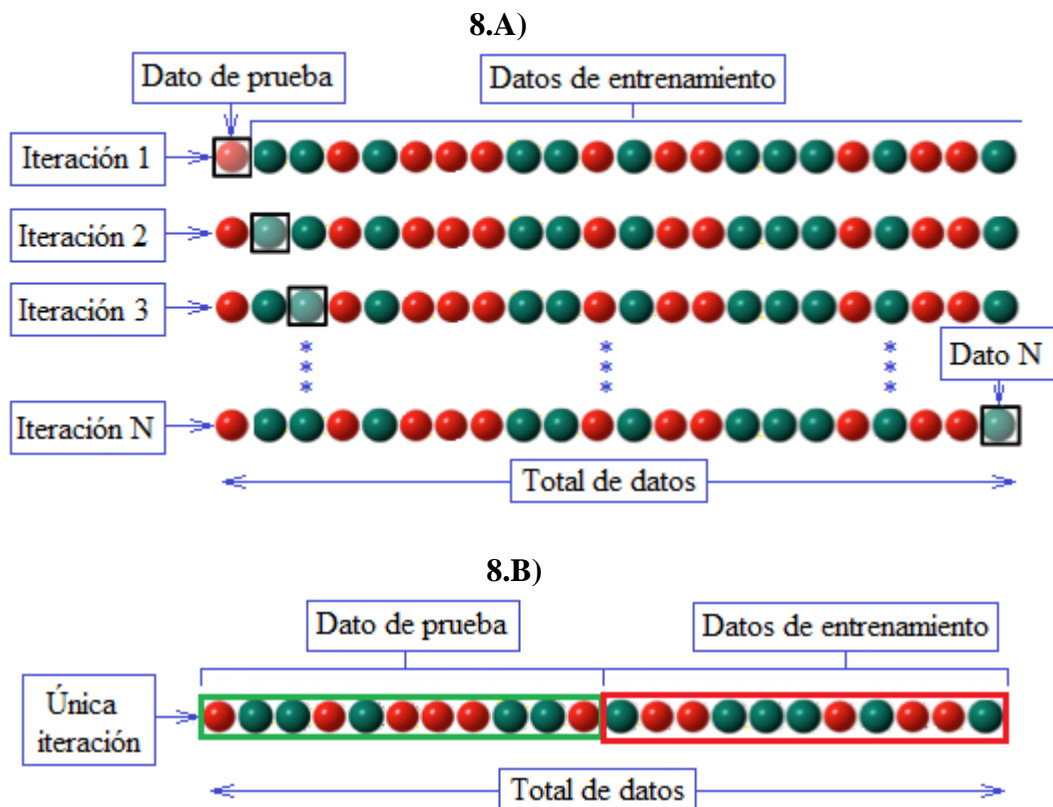
**h) Combinación de pre-tratamientos.** La combinación de pre-tratamientos es muy usual en la mejora de la señal espectroscópica de MIR. La aplicación secuencial del suavizado y las derivadas limita la amplificación del ruido, mientras que la combinación de las derivadas y el SNV logran un aumento de la resolución. Es importante mencionar que el orden de aplicación de los pre-tratamientos afecta el resultado. La mayor eliminación del efecto de dispersión se consigue aplicando primero derivadas y después SNV, por lo que esa orden será preferible al combinar ambos pre-tratamientos.

**i) Truncado de los espectros.** Aunque no se puede considerar como un pretratamiento, el truncado de los espectros es una alternativa simple y efectiva para disminuir ruido y eliminar información espectral no relacionada con el analito/propiedad de interés, lo que favorece la obtención de modelos más simples. La selección de variables puede llevarse a cabo por visualización de los espectros, pero debido a las características del MIR, es aconsejable disponer de conocimiento previo de las zonas de interés en el espectro, para poder eliminar las zonas espectrales menos informativas o afectadas por la absorción de interferentes.

**2.6.6. Validación cruzada.** Es un método utilizado en quimiometría para evaluar modelos matemáticos de acuerdo a su capacidad predictiva y a su complejidad, referida al número de variables latentes en el modelo (Wise *et al.*, 2006). La validación cruzada se emplea en la regresión por *PLS* en la etapa de calibración para la validación del modelo, en lo que se conoce como validación interna. Esta validación se realiza con el mismo subconjunto de datos de calibración.

Además, este tipo de validación es útil cuando se dispone de pocas muestras, ya que permite prescindir del grupo de datos de validación.

La validación cruzada consiste en dividir el conjunto de datos de calibración en varios bloques o segmentos. El modelo se construye tantas veces como número de bloques se hayan elegido utilizando cada vez un bloque distinto como bloque de validación y el resto para construir el modelo. El tamaño de los bloques o segmentos en la validación cruzada puede variar entre uno y la mitad del total de datos (Alciaturi *et al.*, 2003), Figura 8.



**Figura 8.** Esquema de una validación cruzada: A) un dato de prueba y  $N - 1$  datos de entrenamiento; B)  $N/2$  datos de entrenamiento y  $N/2$  datos de prueba. Tomado de [https://es.wikipedia.org/wiki/Validaci%C3%B3n\\_cruzada](https://es.wikipedia.org/wiki/Validaci%C3%B3n_cruzada).

En la Figura 8 se muestran dos casos de validación cruzada, 1) el primer caso se conoce como *leave-one-out* (dejando uno fuera), Figura 8.A. En esta validación, un dato se asigna al subconjunto de datos denominado de prueba, para realizar propiamente la validación y el resto de los datos,  $N - 1$ , a un subconjunto de datos denominado de entrenamiento, para realizar la construcción del modelo. 2) el segundo caso consiste en que  $N/2$  datos son para prueba y el resto de los datos, para el entrenamiento o construcción del modelo, Figura 8.B. Finalmente, de cada proceso de validación se obtiene una estimación del error de predicción.

Los modelos generados por validación cruzada se utilizan para encontrar el número óptimo de componentes o variables latentes en el modelo. Para ello, se repiten los procesos de validación considerando cada vez un número diferente de variables latente. El modelo óptimo será el que proporcione el menor error en la predicción (Ver sección 2.6.7.). El modelo final se construye con el número óptimo de variables latentes y el conjunto completo de datos de calibración (Xu *et al.*, 2001).

**2.6.7. Evaluación de la capacidad predictiva del modelo.** El objetivo de la calibración es obtener los parámetros de regresión que permitan calcular la concentración en futuras muestras, de forma que, para cada muestra  $i$ , el residual de la concentración,  $f_i$ , sea el menor posible.

$$f_i = \hat{y}_i - y_i \quad \text{Ecuación 5}$$

Donde

$\hat{y}_i$  = concentración calculada

$y_i$  = concentración real.

El poder predictivo del modelo de calibración se puede determinar comparando numérica y gráficamente los valores predichos con los reales y/o analizando parámetros estadísticos (Wise *et al.*, 2006).



**1. Comparación numérica y gráfica de los valores predichos con los reales.** La curva de calibración es la curva que se construye a partir de los valores de  $Y$  predichos con respecto a valores de  $Y$  reales. Esta curva es el producto de la regresión por *PLS* y es útil para optimizar el modelo de predicción. Existen dos posibles fuentes de valores de  $Y$  predichos. 1) valores  $Y$  predichos por un modelo que usa todos los objetos disponibles en el conjunto de datos de calibración (identificados como  $Y_{pred}$ ); y 2) valores de  $Y$  predichos por validación cruzada (denominado  $Y_{pred\ VC}$ ) (Wise *et al.*, 2006). A partir de estos datos se pueden contruir dos gráficos de valores predichos contra los valores reales, o de referencia. En un modelo adecuado, las muestras deben estar distribuidas uniformemente a lo largo de la curva de calibración, con una pendiente próxima a 1 y un intercepto cercano a 0.

**2. Análisis de parámetros estadísticos.** Para evaluar la capacidad predictiva del modelo se utiliza la raíz del cuadrado medio del error de calibración, *RMSEC*. Este parámetro se obtiene a partir de los datos de calibración y las predicciones obtenidas para cada uno de ellos a partir del modelo construido con todos los datos de calibración. Para calcular la *RMSEC* se emplea la Ecuación 6.

$$RMSEC = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{n}} \quad \text{Ecuación 6}$$

Donde:

$\hat{y}_i$  = concentración calculada

$y_i$  = concentración conocida

$n$  = número total de objetos en el conjunto de datos

De manera similar, se calcula la raíz del cuadrado medio del error de la validación cruzada, *RMSEVC*, con la misma Ecuación 6, para evaluar la capacidad de predicción del modelo que resulta de la validación cruzada. De esta manera, los parámetros como la *RMSEVC* y la *RMSEC* pueden utilizarse para evaluar la capacidad predictiva del modelo de calibración (Wise *et al.*, 2006). El valor de *RMSE* es una medida de la bondad de ajuste entre las concentraciones conocidas y las

predichas. Por lo tanto, la capacidad predictiva del modelo será mejor conforme los valores de  $RMSEVC$  y  $RMSEC$  tiendan a 0.

Otro indicador importante en la evaluación de modelo, es el coeficiente de correlación ( $R$ ). Este indicador es una medida de la relación lineal entre dos variables o el efecto que tiene el cambio de una variable sobre la otra. Este número es un número absoluto adimensional. Cuando la covarianza,  $cov(x, y)$ , de dos variables se aproxima a -1 ó 1, se dice que existe una correlación lineal entre ellas.

El coeficiente de determinación o varianza ( $R^2$ ) se utiliza para evaluar el modelo. Su cuantificación indica cuánto de la varianza contenida en el conjunto de datos original puede describirse por el modelo  $PLS$ . Esta cantidad se expresa como:

$$R^2 = (S_{xy}S_{xy}/S_{xx}S_{yy})$$

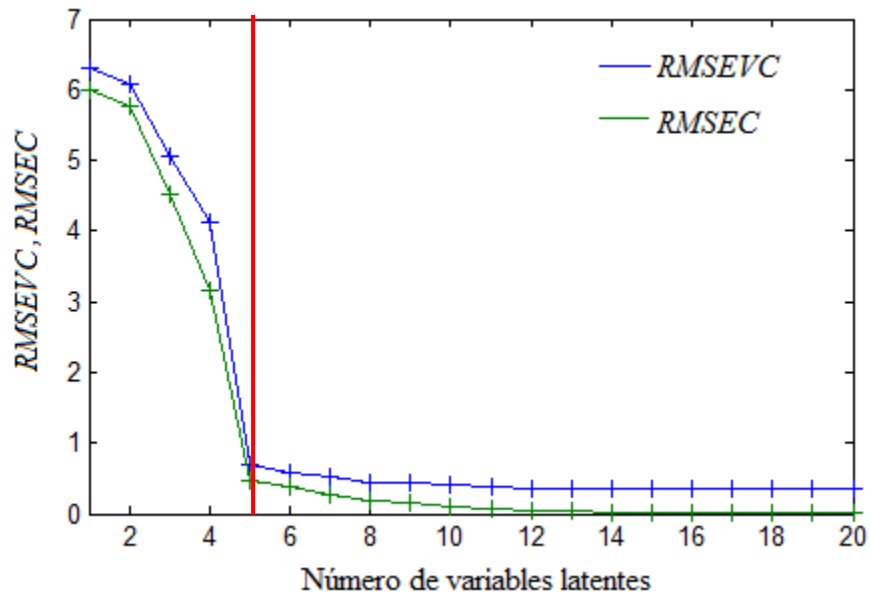
Donde

$S_{xy}$  es la  $\sigma_{xy} = cov(x, y)$ , y cuando  $x=y$  la covarianza es igual a la varianza  $\sigma_x^2$ .

El coeficiente de determinación se calcula durante la calibración y la validación cruzada dando lugar a  $R_{Cal}^2$  y  $R_{VC}^2$ , con el modelo de calibración y el de validación cruzada, respectivamente. Estos valores suelen interpretar el ajuste de los datos con respecto a la curva de calibración. Si el modelo es adecuado, las muestras estarán distribuidas uniformemente a lo largo de la curva de calibración; por lo tanto el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) deberá estar próximo a 1.

**3. Complejidad óptima de un modelo.** Una parte importante en la construcción del modelo de calibración óptimo es la elección del número óptimo de variables latentes que deben estar presentes en el modelo. La primera variable latente tiende a describir la varianza sistemática en los datos y en menor extensión el ruido. Conforme el número de variables latentes se incrementa, la contribución del ruido también se incrementa. Cuando esto sucede el modelo resultante ve reducida

su capacidad de predicción. Por lo tanto, encontrar el número óptimo de variables latentes es muy importante. Para encontrar el número óptimo de variables latentes se calcula la *RMSEC* y la *RMSEVC* para los diferentes números de variables latentes utilizadas en el modelo *PLS*. Cuando los valores de *RMSEC* y *RMSEVC* alcanzan un mínimo, se dice que el número de variables latentes correspondiente es óptimo. En la Figura 9 se muestra un diagrama que permite determinar el número óptimo de variables latentes que deben quedar incluidas en un modelo construido a partir de un conjunto de datos de calibración (Wise *et al.*, 2006).



**Figura 9.** Gráfico de varianza capturada en función del número de variables latentes retenidas en el modelo *PLS*.

Normalmente se recomienda que el número óptimo de variables latentes sea el número en el que la adición de otra variable latente no mejora en gran medida el rendimiento del modelo. Las dos reglas a considerar en este caso son: 1) No incluir factores adicionales a menos que mejore el *RMSE* por lo menos en un 2%; y 2) Utilizar un modelo con la menor complejidad posible; es decir, con el menor número de variables latentes (Wise *et al.*, 2006). En el caso de la Figura 9 se observa que al

pasar de una a dos variables latentes hay una disminución en el error de menos del 1 %; sin embargo al pasar de cuatro a cinco variables latentes se tiene una reducción en el error de más del 2 %. Con más de cinco variables latentes, la reducción del error es muy pequeña. Por lo tanto, para este caso el modelo de calibración óptimo deberá tener cinco variables latentes.

**2.6.8. Validación del modelo.** Una vez construido el modelo de calibración se realiza la validación del modelo. Esta validación es una validación externa al proceso de calibración por lo que se emplea otro subconjunto de datos denominado de validación. Esto significa que los datos de validación son independientes del subconjunto de calibración. La concentración del analito de interés en las muestras es conocida, por lo que es posible comprobar cómo se comporta el modelo frente a muestras distintas a las utilizadas en la construcción del mismo.

En validación externa, la estimación del poder predictivo del modelo se consigue comparando numérica y gráficamente los valores predichos con los reales y mediante parámetros como la raíz del error cuadrático medio de la predicción, *RMSEP*, y el coeficiente de determinación de la predicción,  $R_{pred}^2$ .

**2.6.9. Predicción de nuevas muestras.** Finalmente cuando los resultados de la validación de un modelo son satisfactorios, el modelo de regresión *PLS* puede utilizarse con muestras desconocidas para predecir el valor de la propiedad fisico-química o la concentración del analito en muestras problema sólo a partir de sus espectros de FTIR-ATR correspondientes. De esta manera, el modelo *PLS* será una alternativa confiable a la determinación del analito de interés por medio de métodos de referencia, con lo cual se podrán reducir los tiempos de análisis, disminuir las cantidades de reactivos empleados en la determinación, reducir costos y evitar la contaminación ambiental.

### 3. ORIGINALIDAD

---

En la literatura científica existen estudios que evalúan la degradación de componentes bioactivos del jitomate, como el licopeno, el ácido ascórbico y los compuestos fenólicos, bajo diferentes condiciones y tipos de secado. Asimismo se reporta el uso de coadyuvantes para el secado por aspersión de productos con un contenido de azúcares y ácidos orgánicos de bajo peso molecular. El propósito de los coadyuvantes es reducir la adherencia de polvos a la pared interna de la cámara de secado, mejorar la recuperación de polvos y proteger los compuestos sensibles a las condiciones del proceso, como temperatura y oxígeno, que son promotores de la degradación de los componentes bioactivos del jitomate. Este trabajo se considera como el primer reporte que relaciona la adición de un extracto de semilla de mango rico en compuestos fenólicos, combinado con maltodextrina y un concentrado proteico de suero lácteo al jitomate para el secado por aspersión. El objetivo fue reducir la degradación de los compuestos fenólicos contenidos en el jitomate reforzando la actividad del sistema antioxidante endógeno, aportando una protección extra para el estrés oxidativo. Adicionalmente, esta investigación se considera como el primer reporte que incluyó la aplicación del análisis multivariable de mínimos cuadrados parciales y espectroscopía de FTIR-ATR a la predicción del contenido de fenoles totales en jugo jitomate secado por aspersión. El propósito fue obtener un modelo lineal para predecir el contenido de fenoles totales en muestras desconocidas de polvos de jitomate a partir de su espectro de infrarrojo medio. El método aplicado representó una forma simple, rápida y amigable con el medio ambiente para la determinación de fenoles totales.

## 4. OBJETIVOS

---

### 4.1. Objetivo General

Obtener polvos de jitomate con una alta retención de compuestos fenólicos a partir del secado por aspersión de jitomate formulado con dos coadyuvantes de secado y un extracto natural antioxidante; así como, construir un modelo de calibración multivariable para la determinación del contenido de fenoles totales en muestras desconocidas de polvos de jitomate a partir de sus espectros de FTIR-ATR.

### 4.2. Objetivos específicos

1. Reconfigurar el sistema de secado por aspersión para su uso rutinario en procesos de secado.
2. Obtener un extracto natural rico en compuestos fenólicos a partir de semilla de mango de la variedad *Tommy Atkins*, para reforzar la actividad del sistema antioxidante del jugo de jitomate, aportando una protección extra para el estrés oxidativo durante el proceso de secado.
3. Deshidratar el jugo de jitomate empleando diferentes concentraciones de coadyuvantes de secado (maltodextrina y suero lácteo) y de extracto de semilla de mango bajo condiciones constantes de secado.
4. Evaluar la calidad de los polvos deshidratados mediante la medición de los parámetros de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ , y la cuantificación de los compuestos fenólicos.
5. Especificar el grado de contribución de la maltodextrina, el suero lácteo y el extracto de semilla de mango en la retención de color y los compuestos fenólicos para determinar la mejor combinación del tipo y cantidad de coadyuvantes de secado y de extracto natural en la formulación del jugo de jitomate secado por aspersión.

6. Construir un modelo de predicción del contenido de fenoles totales en muestras de polvos de jitomate formulado con maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango, a partir de su espectro de FTIR-ATR, basado en un análisis multivariable por el método de mínimos cuadrados parciales y espectroscopía FTIR-ATR.

## 5. METAS

---

### **Objetivo 1**

1.1. Un sistema de secado por aspersión operando con corrientes de aire secante y de aire de asperjado libre de impurezas (polvo, aceite y humedad) y a un nivel de flujo, presión, y temperatura requeridos en el presente estudio.

### **Objetivo 2**

2.1. Una solución acuosa de extracto de semilla de mango, rica en compuestos fenólicos, para la preparación de formulaciones de jugo de jitomate con diferentes cantidades.

### **Objetivo 3**

3.1. Formulaciones de jitomate preparadas con los coadyuvantes de secado (maltodextrina y suero lácteo) y extracto de semilla de mango a las concentraciones establecidas para el presente proyecto.

3.2. Formulaciones de jitomate deshidratadas mediante secado por aspersión a condiciones de operación establecidas así como rendimientos de recuperación de polvos calculados.

### **Objetivo 4**

4.1. Contenido de fenoles totales y parámetros del color determinados en cada una de las muestras de polvos de jitomate obtenidas mediante secado por aspersión.

### **Objetivo 5**

5.1. Análisis comparativo de contenido de fenoles totales y de color entre los polvos de jitomate correspondientes a las diferentes formulaciones para determinar el grado de contribución de cada coadyuvante de secado y el extracto de semilla de mango en la retención de los compuestos fenólicos.



## **Objetivo 6**

- 6.1. Espectros de FTIR-ATR adquiridos de los polvos de las diferentes formulaciones realizadas en este trabajo.
- 6.2. Datos espectroscópicos de FTIR-ATR y de contenido de fenoles totales de los diferentes polvos de jitomate ordenados y clasificados en dos subgrupos, uno de calibración y otro de validación.
- 6.3. Región espectral MIR con la mayor información posible con respecto a la variación en el contenido de fenoles totales localizada.
- 6.4. Modelo de calibración óptimo para la predicción del contenido de fenoles totales seleccionado a partir de estadísticos basados en los valores mínimos del error de calibración y de error de validación cruzada, así como en los valores máximos de los coeficientes de determinación de calibración y de validación cruzada.
- 6.5 Modelo de calibración validado con datos diferentes a los datos de calibración para determinar la capacidad de predicción del modelo construido a partir de estadísticos basados en el valor mínimo del error y el valor máximo del coeficiente de determinación para la predicción.

## 6. METODOLOGÍA

---

### 6.1. Procedimiento general

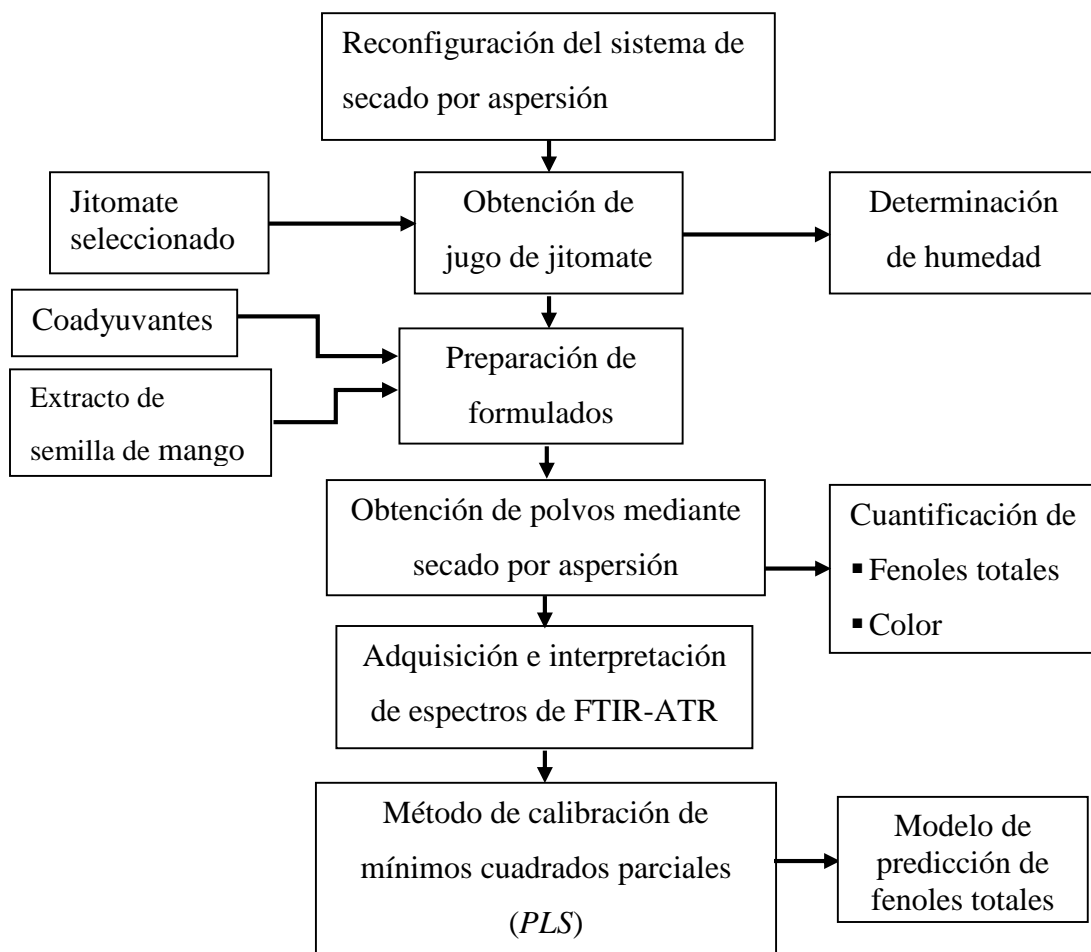
Para la realización del presente proyecto se siguieron los pasos que se señalan en la Figura 10. El proyecto se realizó en cuatro etapas: 1) Reconfigurar el sistema de secado por aspersión; 2) Obtener un extracto de semilla de mango rico en compuestos fenólicos; 3) Deshidratar jugo de jitomate formulado, con distintas cantidades de coadyuvantes y extracto de semilla de mango, mediante secado por aspersión; 4) Realizar un análisis de color y de contenido de fenoles totales en los polvos obtenidos; y 5) Realizar el análisis multivariable mediante el algoritmo de regresión *PLS* de los datos espectroscópicos de FTIR-ATR y de contenido de fenoles totales, de los polvos de jugo de jitomate.

### 6.2. Materia prima

Para el presente estudio se utilizó el jitomate (*Lycopersicon esculentum*) de la variedad *saladette*. El fruto fresco fue adquirido en la población de La Luz Nagore Huajolotitlán, Oaxaca, en cultivos de invernadero propiedad del Técnico Agropecuario Manuel de Jesús Martínez Ramírez. Los jitomates fueron seleccionados de manera visual con las siguientes características: consistencia firme, apariencia lisa y brillante, con ausencia de defectos como grietas, pudriciones o quemaduras de sol, sin deformaciones, en una etapa de madurez 6, de acuerdo a la carta de colores de la USDA (Apéndice 11.1), con al menos un 90% de superficie roja. El jitomate se almacenó en bolsas de polietileno en porciones de 750 g aproximadamente en refrigeración a una temperatura de 4 °C, por no más de 10 días, para evitar cambios significativos en la composición.

### 6.3. Materiales y reactivos

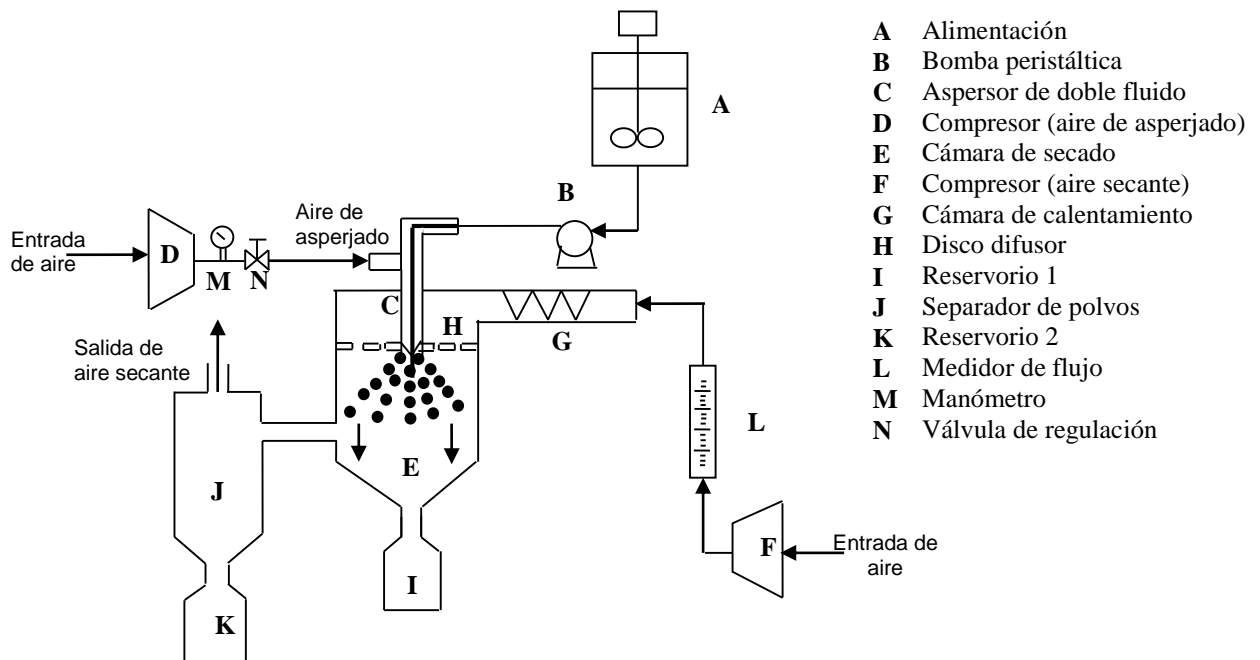
Para el estudio se utilizaron los materiales y reactivos siguientes: maltodextrina de 10 equivalentes de dextrosa (ED) adquirido de IMSA (México); concentrado proteico de suero lácteo 8010 de Hilmar<sup>TM</sup> (USA); reactivo de Folin-Ciocalteu 2M y ácido gálico monohidratado 98% de Sigma-Aldrich (USA), metanol A.C.S. de Meyer (México) y carbonato de sodio anhidro A.C.S. 99.6% de Fermont (México).



**Figura 10.** Metodología para mejorar la retención de compuestos fenólicos en jugo de jitomate secado por aspersión.

## 6.4. Sistema de secado por aspersión

Para la obtención de los polvos de jugo de jitomate se utilizó un sistema de secado por aspersión a escala de laboratorio diseñado y construido por Checa-Peralta (2013), el cual se muestra en la Figura 11. El sistema estuvo provisto de una cámara de secado de vidrio de borosilicato con un grosor de 5 mm con una relación altura:diámetro de 35 cm x 8.5 cm, que corresponde a una configuración alargada 4:1. Además el secador contó con un disco difusor en la cámara de calefacción y un aspersor neumático marca *Büchi* con un diámetro de boquilla de 0.7 mm para proporcionar gotas asperjadas en un intervalo de diámetro de 1-25  $\mu\text{m}$ . El sistema de secado también incluyó un ciclón de tipo tangencial para la recuperación de polvos con tamaño de partícula de 5 a 25  $\mu\text{m}$  y un aislante térmico removible para conservar el calor tanto en la cámara de secado como en el ciclón. El secador operó con flujos en paralelo entre el aire secante y la alimentación para evitar la exposición de las partículas de polvo a temperaturas muy altas a la salida del sistema y contribuir a una operación más eficiente del separador de partículas (ciclón).



**Figura 11.** Sistema de secado por aspersión de una etapa desarrollado por Checa-Peralta (2013).

## **6.5 Reconfiguración del sistema de secado por aspersión**

La reconfiguración del sistema de secado se realizó con el propósito de: 1) facilitar el uso del equipo en pruebas experimentales simplificando el ensamble y el control del sistema de secado; 2) brindar posibilidades de operación del sistema de secado en un intervalo amplio de temperaturas, flujos y tiempos de respuesta reducidos; y 3) asegurar en el sistema de secado corrientes de aire comprimido libres de impurezas como microgotas y vapores de aceite, polvo y humedad. Las condiciones de operación establecidas fueron: una corriente de aire secante con posibilidad de utilizarla en un intervalo de temperatura desde 100 °C hasta 200 °C y un flujo mínimo de 200 L/min; así como una corriente de aire de asperjado en un intervalo de presión de 2 a 6 bar.

## **6.6. Extracto de semilla de mango**

Para la obtención del extracto de semilla de mango se utilizó el procedimiento reportado por Jiménez-Durán (2015). Se retiró la cáscara y la pulpa de la fruta de mango con un cuchillo. El hueso limpio se abrió cuidadosamente, se extrajo la semilla y se cortó en trozos pequeños. A continuación, cada uno de estos trozos se depositó en la tolva de un molino de tornillo sin fin para su molienda. Enseguida el producto de esta molienda se llevó a un molino ciclónico Cyclotec 1093 para obtener un polvo fino y uniforme. Posteriormente, se pesó 25 g de semilla molida y se mezcló con 500 mL de metanol destilado y desgasificado. La mezcla se sonicó durante 30 min a temperatura ambiente y después se sedimentó mediante reposo hasta observar una separación de fases. El sobrenadante se decantó y filtró en un embudo con algodón. El filtrado se llevó a un rotavapor Büchi tipo R-3 para la evaporación del disolvente a 40 °C y presión reducida. El material sedimentado se volvió a pasar por el mismo proceso de extracción tres veces. El filtrado obtenido se incorporó al rotavapor hasta eliminar todo el disolvente. El extracto obtenido se disolvió en un volumen de agua de 34.3 mL para obtener una concentración de 100 mg extracto/mL de disolución. Finalmente, la solución de extracto se almacenó a -20 °C para su preservación y posterior uso. El rendimiento de la extracción se calculó con el peso del polvo de semilla de mango utilizado para la extracción y el peso del extracto final libre de disolvente, de acuerdo a la Ecuación 7.

$$\text{Rendimiento}(\%) = \left( \frac{\text{Peso del extracto obtenido}}{\text{Peso del polvo de semilla}} \right) * 100$$

Ecuación 7

## 6.7. Preparación de la muestra

### *Obtención del jugo de jitomate*

Para la obtención del jugo de jitomate se pesaron aproximadamente 450 g de jitomate a fin de obtener entre 250 y 300 mL de jugo natural. Los jitomates se lavaron bajo el chorro de agua, se rebanaron en cuatro partes en forma longitudinal y se introdujeron en un extractor de jugos modelo ZE3501MX marca T-fal frutelia. Este extractor estuvo provisto de un filtro-triturador de acero inoxidable con acción centrífuga para extraer el jugo y retener simultáneamente las semillas y la cáscara. Del jugo obtenido se tomó una alícuota para la determinación de humedad y de sólidos. A partir de estas determinaciones se calcularon las cantidades de coadyuvantes y de extracto de semilla de mango necesarias para preparar los formulados de jugo de jitomate (Apéndice 11.2).

### *Preparación de formulados de jugo de jitomate*

Para la preparación de los formulados de jugo de jitomate se consideraron dos niveles de concentración para cada uno de los tres factores de estudio, maltodextrina (MD), concentrado proteico de suero lácteo (SL) y extracto de semilla de mango (ES). En la Tabla 2 se especifican los niveles para cada uno de estos factores. Se utilizó la concentración de maltodextrina reportada por Candelas-Cadillo *et al.* (2005), para el suero lácteo se tomó como referencia el trabajo de Adhikari *et al.* (2009) y para el extracto de semilla de mango el trabajo de Jiménez-Durán, A. (2015). El número de muestras preparadas fueron las resultantes de un diseño factorial  $2^3$  con dos réplicas, que se muestra en la Tabla 3. La concentración de maltodextrina y suero lácteo se determinaron con base a la cantidad de sólidos totales presentes en el jugo de jitomate; el extracto de semilla de mango se utilizó en una relación de 2 mL por cada 250 mg de jugo de jitomate. Para la preparación de las formulaciones, la incorporación de los coadyuvantes al jugo de jitomate se realizó lentamente a una temperatura de 35 °C utilizando una parrilla eléctrica con agitación magnética.

**Tabla 2.** Variables de composición consideradas para la preparación de las distintas muestras de jugo de jitomate formulado.

	Nivel 1	Nivel 2
Maltodextrina (MD : sólidos de jugo) <sup>1,2</sup>	1:1	2:1
% Suero lácteo <sup>1,2</sup>	0	10
Extracto de semilla de mango (mL/250 g jugo)	0	2

<sup>1</sup> Relación m/m

<sup>2</sup> Con respecto a los sólidos del jitomate

**Tabla 3.** Experimentos de un diseño factorial con tres factores, dos niveles y dos réplicas.

Tratamiento	Experimento	Formulación			Réplica	Código
		MD	SL	ES		
<b>T<sub>1</sub></b>	1	1:1	0	0	1	E <sub>1</sub>
	2	1:1	0	0	2	E <sub>2</sub>
<b>T<sub>2</sub></b>	3	1:1	0	2	1	E <sub>3</sub>
	4	1:1	0	2	2	E <sub>4</sub>
<b>T<sub>3</sub></b>	5	1:1	10	0	1	E <sub>5</sub>
	6	1:1	10	0	2	E <sub>6</sub>
<b>T<sub>4</sub></b>	7	1:1	10	2	1	E <sub>7</sub>
	8	1:1	10	2	2	E <sub>8</sub>
<b>T<sub>5</sub></b>	9	2:1	0	0	1	E <sub>9</sub>
	10	2:1	0	0	2	E <sub>10</sub>
<b>T<sub>6</sub></b>	11	2:1	0	2	1	E <sub>11</sub>
	12	2:1	0	2	2	E <sub>12</sub>
<b>T<sub>7</sub></b>	13	2:1	10	0	1	E <sub>13</sub>
	14	2:1	10	0	2	E <sub>14</sub>
<b>T<sub>8</sub></b>	15	2:1	10	2	1	E <sub>15</sub>
	16	2:1	10	2	2	E <sub>16</sub>

**Nota.** Las concentraciones de maltodextrina (MD) y suero lácteo (SL) están calculadas en base a los sólidos de jitomate; la concentración de extracto de semilla de mango (ES) se calculó con base a la relación 2 mL por cada 250 mg de jugo.

El orden en el que se adicionaron los coadyuvantes fue primero MD y después SL. Al término de la adición de polvos se mantuvo la agitación por otros 5 min. Posteriormente se tamizó el jugo formulado a través de una malla No. 35 para homogeneizar su consistencia y facilitar el flujo de jugo durante la alimentación.

Antes de iniciar la alimentación del jugo formulado al secador, el jugo tamizado se llevó a la parrilla de calentamiento para elevar su temperatura hasta los  $42 \pm 1$  °C. Una vez alcanzada esta temperatura, se ajustó el control de la parrilla para mantener constante dicha temperatura durante el proceso de secado. Para evitar pérdidas de humedad, el recipiente de la muestra se mantuvo cubierto con *parafilm* y con agitación constante durante el calentamiento. En muestras formuladas con ES, éste se agregó justo en el momento de alcanzar la temperatura de 42 °C, para después iniciar la alimentación de jugo al secador.

### ***Obtención de polvos***

Los formulados de jugo de jitomate fueron deshidratados en un secador por aspersion equipado con un aspersor de doble fluido operado con un flujo en paralelo a las condiciones experimentales que se presentan en la Tabla 4. Estas condiciones de operación fueron establecidas en el curso de esta investigación, de acuerdo a las capacidades de operación del sistema de secado en su configuración final. La muestra se alimentó al secador por aspersion después de alcanzar la temperatura de 42 °C y manteniéndola en este valor durante el proceso de secado. Al término del proceso, el polvo se recuperó en un vial de vidrio de tapa roscada forrado de aluminio, para evitar el contacto con la luz. Finalmente, los viales se almacenaron en refrigeración a 4 °C. El proceso de secado descrito se aplicó a cada una de las formulaciones señaladas en la Tabla 3. El flujo de la alimentación se calculó como un flujo promedio dado por el cociente de la cantidad de jugo alimentada y el tiempo empleado para deshidratarla.



**Tabla 4.** Condiciones experimentales adaptadas a la reconfiguración del sistema de secado por aspersión para el secado de jugo de jitomate formulado.

<b>Variable de proceso</b>	<b>Valor</b>
Temperatura de aire secante (°C)	150
Flujo de aire secante (L/min)	200
Flujo de alimentación (mL/min)	2.1
Temperatura de alimentación (°C)	42
Presión en la boquilla (bar)	5

## 6.8. Métodos analíticos

### *Determinación de humedad.*

La determinación de humedad se realizó secando 5.0 g de jugo de jitomate fresco a  $105 \pm 1$  °C en crisoles previamente secos y tarados, hasta peso constante. El contenido de humedad de la muestra se expresó en términos de porcentaje de humedad de acuerdo a la Ecuación 8.

$$\%Humedad = \left( \frac{P_1 - P_2}{P_0} \right) 100 \quad \text{Ecuación 8}$$

Donde:

$P_0$  =Peso de la muestra

$P_1$  =Peso del crisol más muestra húmeda

$P_2$  =Peso del crisol más muestra seca

### *Determinación del color*

Se determinaron los parámetros  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  que describen el color, según la Comisión Internacional de Iluminación (CIE), en un colorímetro HunterLab UltraScan Vis (Hunter Associates Laboratory, Inc.) utilizando el iluminante D65, con un ángulo de observación de 10° y con un diámetro de observación de 0.9525 cm. Para la determinación de color, las muestras de polvo se tamizaron

previamente en una malla con abertura de 1.0 mm. Debido a la pequeña cantidad de polvos disponibles, las mediciones se realizaron en un portamuestras constituido de dos portaobjetos de vidrio de 26 mm x 76 mm x 1.0 mm. Se tomaron lecturas en tres puntos distintos de la placa y se reportaron cada uno de los parámetros de color como el valor promedio  $\pm$  desviación estándar.

### ***Método de referencia para la determinación de fenoles totales***

La cuantificación de los compuestos fenólicos se realizó en un lector de microplacas Biotek ELX-808, utilizando el método colorimétrico de Folin-Ciocalteu descrito por Jiménez-Durán (2015). Se mezclaron 0.05 g de polvos de jugo de jitomate con 2 mL de EtOH/H<sub>2</sub>O 60:40 (v/v), seguido de una agitación en un vortex por 5 min. Posteriormente la mezcla se sonicó por 30 min a temperatura ambiente, a continuación se centrifugó por 15 min a 5000 rpm, y después se filtró en algodón. En una microplaca se agregó 40  $\mu$ L del extracto filtrado y enseguida 40  $\mu$ L del reactivo de Folin-Ciocalteu 0.1 M. Esta mezcla se dejó en reposo durante 3 min en el lector de microplacas, y después se agitó durante 15 s a velocidad baja. Una vez concluido este tiempo se agregó 40  $\mu$ L de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> al 0.5%. A continuación la mezcla se agitó durante 1 min. La microplaca con las muestras se dejó en reposo durante 30 min a 40 °C, y subsecuentemente se agitó por 1 min a velocidad media en el lector de microplacas. La lectura de la absorbancia se midió a 750 nm. La curva de calibración se preparó utilizando un patrón de ácido gálico (100  $\mu$ g/mL) y a partir de esto se prepararon estándares a concentraciones de 5, 10, 15, 20 y 25 partes por millón (ppm). Todas las muestras y estándares se prepararon por duplicado.

### ***Adquisición de espectros de FTIR-ATR***

Las muestras para la adquisición de los espectros de FTIR-ATR se formaron a partir de los polvos obtenidos en el secado por aspersión del jugo de jitomate formulado a diferentes concentraciones de coadyuvantes y extracto natural antioxidante. Los espectros de estas muestras se adquirieron en un equipo Bruker de transformada de Fourier modelo ALPHA P (Bruker Optik GmbH) con un módulo de reflectancia total atenuada (ATR), equipado con un detector de sulfato de triglicina deuterada (DTGS) y un portamuestra de diamante con una geometría de paralelogramo de 45°. Sobre el portamuestra de diamante se depositaron aproximadamente 100 mg de muestra (polvos

de jugo de jitomate) y se prensaron para lograr un contacto estrecho con la superficie del cristal. Para cada muestra se obtuvieron tres espectros a temperatura ambiente. La adquisición se realizó con 70 barridos a una resolución de  $4\text{ cm}^{-1}$  en la región espectral de  $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ . La intensidad se expresó en unidades de absorbancia. Como fondo se utilizó un espectro del cristal de ATR limpio, obtenido previamente a la adquisición del espectro de la muestra. Al finalizar la adquisición de cada espectro se procedió inmediatamente a la limpieza del cristal utilizando agua destilada y etanol. Al final de cada etapa de limpieza, se inspeccionó visualmente el estado del cristal para asegurar la ausencia de residuos de muestras previas.

## **6.9. Tratamiento de datos**

La adquisición de espectros se realizó con el programa *OPUS software* (versión 6.5, Bruker Optik GmbH) en el equipo de FTIR-ATR. El tratamiento de los espectros, la selección de la región espectral, el pre-procesamiento de datos espectrales, el modelo de calibración de mínimos cuadrados parciales (*PLS*), así como la validación del modelo se realizó utilizando el programa *Solo 8.2.1* de Eigenvector Research Inc.

### ***Selección del conjunto de datos de calibración y de validación***

A partir de los datos espectroscópicos y de fenoles totales se formaron tres grupos de datos que correspondieron a la cámara de secado, al ciclón y a la combinación de datos de la cámara de secado más el ciclón. Los grupos de la cámara de secado y del ciclón se formaron debido a las diferencias físicas observadas en los polvos. El grupo combinado de la cámara de secado más el ciclón se formó para tratar de reforzar la tendencia de los datos al correlacionar la información de los datos espectroscópicos con los datos de fenoles totales, y con ello tratar de mejorar la capacidad de predicción del modelo. Además, en cada uno de estos grupos se consideraron dos casos: el primero con un 75% de los datos para la calibración (construcción del modelo) y el resto para la validación externa (evaluación de la capacidad de predicción del modelo); el segundo caso con el 100% de los datos para la calibración. Al no disponer de datos para la validación externa, se consideró la validación cruzada (validación interna) como una forma de evaluar la capacidad de

predicción del modelo. En la Tabla 5 se resumen los seis grupos de datos creados para encontrar el mejor modelo de calibración.

En los grupos con 24 datos se tomaron 6 datos para la validación, uno por cada triplicado de los tratamientos 2 a 7, y el resto de los datos para la calibración. En el grupo de 48 datos se consideró un total de 12 datos para la validación y el resto para la calibración.

### ***Construcción del modelo de calibración y validación***

Se desarrollo un modelo de calibración para cada uno de los experimentos de la Tabla 5. De estos modelos se seleccionó el que presentó la mejor capacidad predictiva. La construcción del modelo de predicción por el método *PLS* fue un proceso iterativo. El procedimiento que se siguió se detalla en la Figura 12. Cada etapa se describe a continuación.

#### ***1. Selección de la región espectral***

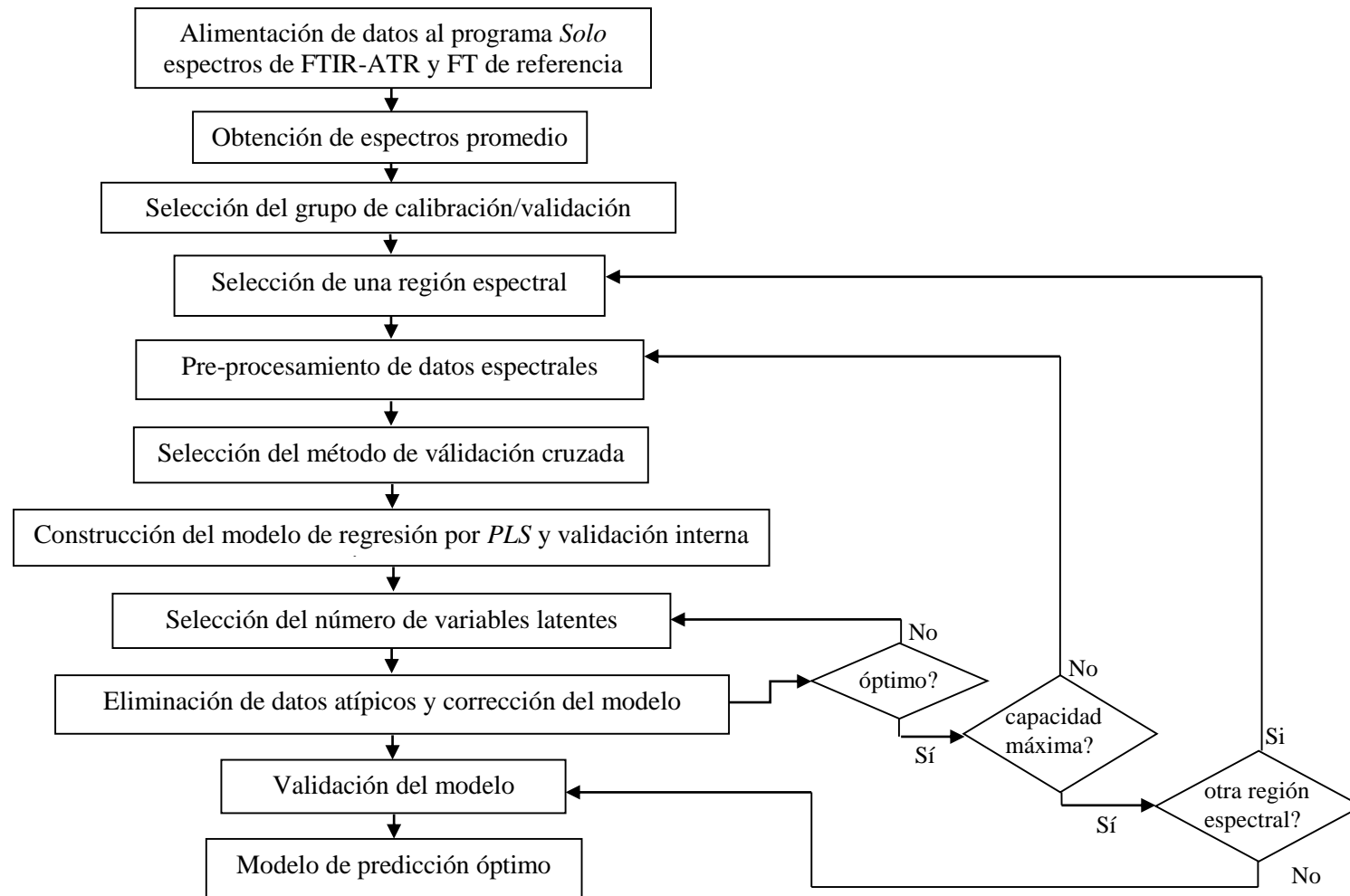
El proceso para la selección de la región espectral consistió en tomar varios intervalos del espectro MIR en los que se concentran las bandas de absorción más intensas. Se inició incluyendo todo el intervalo MIR(4000  $\text{cm}^{-1}$  - 400  $\text{cm}^{-1}$ ). Posteriormente, se consideró el intervalo compuesto por las regiones comprendidas de 2700 a 3600 y 1800 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , así como el intervalo comprendido entre 1800  $\text{cm}^{-1}$  y 400  $\text{cm}^{-1}$ . Otros intervalos se seleccionaron reduciendo la región comprendida entre 1800  $\text{cm}^{-1}$  y 400  $\text{cm}^{-1}$ , de acuerdo a estudios previos reportados (Domínguez-Martínez *et al.*, 2014). La región espectral seleccionada fue aquella que permitió obtener el modelo con la mejor capacidad predictiva al contener la mayor información relacionada con la variabilidad del contenido de fenoles totales.

#### ***2. Pre-procesamiento de datos espectrales***

Los datos espectroscópicos de cada una de las regiones espectrales seleccionadas en el espectro MIR para construir el modelo óptimo se sometieron a una serie de métodos de pre-procesamiento.

**Tabla 5.** Selección del número de muestras para los conjuntos de calibración y validación a partir de los datos de la cámara de secado, los datos del ciclón y los datos conjuntos de la cámara de secado + ciclón.

Tratamiento	Modelos de calibración											
	Cámara de secado				Ciclón				Cámara + ciclón			
	Grupo 1		Grupo 2		Grupo 3		Grupo 4		Grupo 5		Grupo 6	
	calibración	validación	calibración	validación	calibración	validación	calibración	validación	calibración	validación	calibración	validación
1	3	0	3	0	3	0	3	0	6	0	6	0
2	2	1	3	0	2	1	3	0	4	2	6	0
3	2	1	3	0	2	1	3	0	4	2	6	0
4	2	1	3	0	2	1	3	0	4	2	6	0
5	2	1	3	0	2	1	3	0	4	2	6	0
6	2	1	3	0	2	1	3	0	4	2	6	0
7	2	1	3	0	2	1	3	0	4	2	6	0
8	3	0	3	0	3	0	3	0	6	0	6	0
Subtotal	18	6	24	0	18	6	24	0	36	12	48	0
Total	24		24		24		24		48		48	



**Figura 12.** Proceso para la construcción del modelo multivariable mediante el algoritmo de regresión de mínimos cuadrados parciales (*PLS*) acoplado a espectroscopía FTIR-ATR.

El propósito fue eliminar cualquier información irrelevante que no pudiera llegar a ser manipulada correctamente por la técnica de regresión de *PLS*. El pre-procesamiento de datos que permitió obtener el modelo con la mejor capacidad predictiva incluyó los siguientes métodos: a) corrección de la línea base (filtro automático de Whittaker), b) filtro de Savitzky-Golay de orden uno y con 15 puntos de suavizamiento para remover parte del ruido aleatorio presente en los espectros y mejorar la relación señal a ruido, c) primera derivada de orden 2 con una ventana de 15 puntos, utilizando el algoritmo de Savitzky-Golay, para aumentar las diferencias espectrales y eliminar las compensaciones de la línea base, d) normalización mediante la corrección de dispersión multiplicativa, cuyo propósito fue eliminar las distorsiones de la línea base que ocurren típicamente a consecuencia de la dispersión por variaciones en el tamaño de partícula de las muestras, y e) centrado a la media.

### ***3. Selección del método de validación cruzada***

La validación cruzada es un proceso que se utiliza para determinar el número de variables latentes óptimo que debe tener el modelo de calibración, así como evaluar la capacidad predictiva de dicho modelo. En el proceso de construcción del modelo de calibración óptimo para cada grupo de datos de la Tabla 5, se probaron varias regiones espectrales del espectro MIR. En la evaluación de cada región espectral se probaron varios métodos de validación cruzada hasta encontrar el que generó el modelo con la mejor capacidad de predicción.

El método de validación cruzada que mejores resultados proporcionó fue el método conocido como *Venetian blinds* (persianas venecianas) con siete divisiones y una muestra por división. Este método aparta algunos datos del subconjunto de calibración, denominados datos de prueba y el resto de los datos, denominados datos de entretenimiento, los utiliza para construir el modelo. Posteriormente, con este modelo se realiza la predicción de los valores apartados del total de datos de calibración para la validación interna. El proceso se repite de tal manera que otros datos pasan a ser los datos de prueba. La validación cruzada se considera como una validación interna útil cuando no se dispone de un conjunto de datos para la validación (o validación externa), como en la presente investigación.

#### **4. Calibración**

Los modelos de calibración para la predicción de fenoles totales se construyeron mediante el método de regresión *PLS*. El modelo de regresión por *PLS* relacionó matemáticamente la absorbancia de los espectros a diferentes números de onda con el contenido de fenoles totales. De esta manera, para cada grupo de datos de la Tabla 5 se obtuvieron una serie de modelos de calibración, de acuerdo a las regiones espectrales analizadas. A partir de estos modelos, se seleccionó un modelo de calibración óptimo para cada uno de los seis grupo de datos ya señalados, basado en su capacidad predictiva. Finalmente, se seleccionó el mejor modelo de calibración a partir de los seis modelos resultantes. El criterio para la selección del modelo fue su capacidad predictiva.

El proceso de construcción de cada modelo de calibración proporcionó la gráfica de varianza capturada (*RMSEC* y *RMSEVC* contra el número de variables latentes), la curva de calibración de Y predicha por el modelo de calibración contra Y real y la curva de calibración de Y predicha por validación cruzada contra Y real, así como los estadísticos *RMSEC*, *RMSEVC*,  $R^2_{cal}$  y  $R^2_{vc}$ .

#### **5. Selección de variables latentes y capacidad de predicción**

Para construir el modelo óptimo en cada una de las regiones espectrales se determinó el número de variables latentes a incluir en el modelo. Para ello, se utilizó la gráfica de varianza capturada escogiendo el número de variables latentes para el que *RMSEVC* y *RMSEC* es mínimo. De esta manera, se construyeron los modelos de calibración para cada número de variables latentes óptimo. El mejor modelo de calibración se escogió de acuerdo a los estadísticos *RMSEVC* y *RMSEC* más pequeños así como a los estadísticos  $R^2_{vc}$  y  $R^2_{cal}$  más cercanos a uno. El valor de *RMSE* es una medida de la bondad de ajuste entre las concentraciones conocidas y las predichas.  $R^2$  indica el grado y dirección de la relación lineal entre los valores predichos y los valores reales (Beebe *et al.*, 1998; Tewari y Irudayaraj, 2004).

El proceso anterior se repitió para cada uno de los seis grupos de la Tabla 5. A partir de los seis modelos de calibración resultantes se realizó la selección del mejor modelo. Nuevamente el modelo



óptimo fue el que mostró los valores más bajos para el error ( $RMSEC$ ,  $RMSEVC$ ) y los valores de  $R^2_{Cal}$  y  $R^2_{VC}$  más cercanos a uno. Para el mejor modelo de calibración de los seis grupos de datos, se seleccionaron un total de 12 variables latentes. En la curva de calibración de Y predicha por el modelo de calibración contra Y real gráfica se detectaron y eliminaron dos datos atípicos (*outliers*) para mejorar el modelo de calibración.

## **6. Validación**

La validación tuvo como propósito evaluar la capacidad de predicción del modelo de calibración con nuevos datos, no incluidos en el proceso de construcción del modelo. Los datos para la validación del modelo incluyeron los espectros de FTIR-ATR y el contenido de fenoles totales para cada una de las muestras seleccionadas. La concentración de fenoles totales estuvo dentro del intervalo de valores de los datos utilizados en la calibración. Los datos para la validación fueron seleccionados al azar, procurando abarcar el intervalo de concentración del analito. Algunos grupos de datos no tuvieron datos para la validación. En estos casos, la validación cruzada se consideró como la validación externa.

Para evaluar la capacidad de predicción de los modelos, el programa utilizado proporcionó la raíz cuadrada media de la predicción,  $RMSEP$  y el valor del coeficiente de determinación  $R^2_{Pred}$ . Estos estadísticos determinan la capacidad de predicción del modelo. Por lo tanto, el mejor modelo fue aquél que produjo el valor más bajo para  $RMSEP$  y el valor más alto para  $R^2_{Pred}$ .

En cada caso en el que se calcularon los coeficientes de determinación ( $R^2$ ). Se consideró que un valor de  $R^2$  arriba de 0.91 está asociado con una excelente predicción, valores de  $R^2$  entre 0.82 y 0.90 indican una buena predicción (Shenk y Westerhaus, 1996) y valores menores a 0.8 sugieren una baja correlación de los parámetros con los modelos de calibración implementados (Silva *et al.*, 2014).

## 6.10. Análisis estadístico

Para el estudio se empleó un diseño experimental factorial no aleatorio de tres factores con dos niveles cada uno y dos réplicas (Tabla 5) con un total de 16 experimentos. Los resultados de todos los análisis se expresaron como la media  $\pm$  desviación estándar. Para verificar la normalidad de los datos de medias de los parámetros de color y del contenido de fenoles totales se aplicó la prueba de *D'Agostino* ( $p < 0.05$ ). También se aplicó la prueba de *Levene* para comprobar la homogeneidad de las varianzas ( $p < 0.05$ ). Los datos obtenidos en cada una de las determinaciones realizadas se trataron estadísticamente mediante un ANOVA de tres factores para establecer la contribución individual y el efecto combinado de la presencia de los coadyuvantes de secado y del extracto de semilla de mango sobre la retención de los compuestos fenólicos y un comparativo de medias de *Tukey* para determinar si existieron diferencias significativas entre tratamientos a un nivel de significancia de 0.05. El tratamiento estadístico de datos se realizó en el programa Minitab 15.1.20.0 (Minitab, Inc.).

## 7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

### 7.1. Reconfiguración del secador por aspersión

El sistema de secado por aspersión del cual se partió para la obtención de los polvos de jugo de jitomate fue desarrollado por Checa-Peralta (2013). Este sistema fue reconfigurado con el propósito de alcanzar una mayor temperatura de secado en un menor tiempo; así como eliminar la presencia de humedad e impurezas como polvos y aceite en forma de gotas y humos en las corrientes de aire secante y de asperjado. Las modificaciones se detallan a continuación.

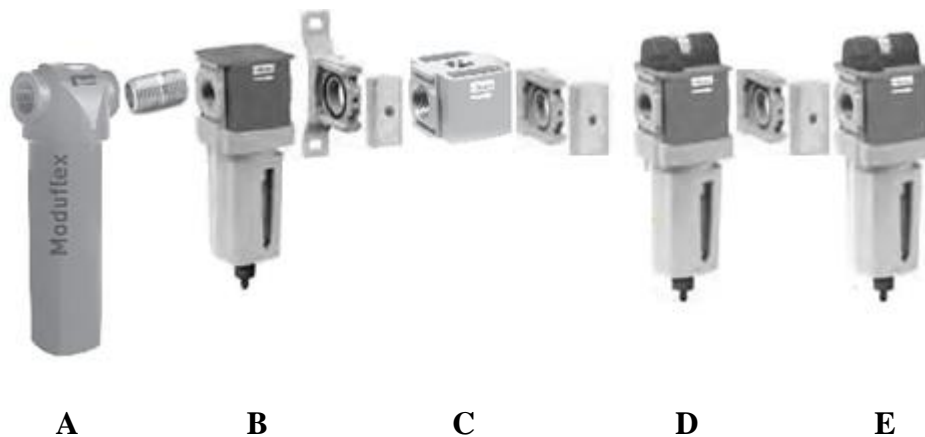
**7.1.1. Corriente de aire secante.** En la corriente de aire secante se incorporó:

a) Un compresor marca *Ingersoll Rand* modelo *SS3 L3* de tipo reciprocante enfriado por aceite con un motor de 3 HP acoplado a un tanque de 227.10 L con una capacidad para proporcionar un flujo máximo de aire de 200 L/min.

b) Batería de filtros especializados para la eliminación de microgotas y humos de aceite, humedad y partículas suspendidas de hasta 0.05 micras. Los compresores de tipo reciprocante enfriados por aceite incorporan normalmente gotas y humos de aceite a las corrientes de aire comprimido. Esto implica que las gotas y humos de aceite se vuelven potenciales contaminantes para el sistema de secado y particularmente para el producto deshidratado. Además, el aire contiene humedad, y aunque parte de ella se condensa durante la compresión, una fracción del agua permanece en el aire que se entrega al equipo de secado. La fracción de humedad que queda en el aire consume una cantidad importante de energía durante el calentamiento disminuyendo la eficiencia del calentamiento y la capacidad del aire para secar.

La batería de filtros que se incorporó a la línea de aire secante se muestra en la Figura 13. El elemento A es un separador de agua a granel diseñado para actuar en todas las condiciones de flujo

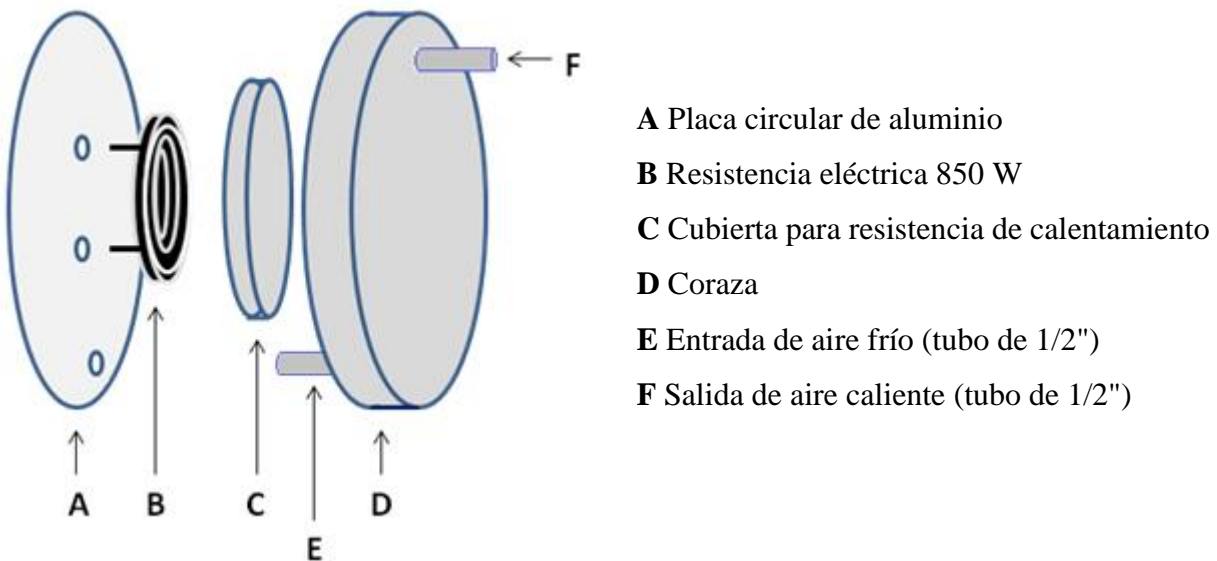
con pérdidas de presión mínimas; B es un pre-filtro que remueve agua y partículas de hasta 5 micrones; C es un conector múltiple; D es un filtro coalescente que elimina aerosoles líquidos y partículas de hasta 0.01 micras; E es un filtro de adsorción con carbón activado que remueve vapores de aceite lo cual permite obtener un aire libre de aceite. La batería de filtros permitió obtener una corriente de aire libre de partículas de hasta 0.01 micras, libre de aceite y de humedad.



**Figura 13.** Batería de filtros para obtener un aire libre de aceite y de partículas de hasta 0.01 micras. A) Separador de agua a granel, B) Pre-filtro, C) Conector múltiple, D) Filtro coalescente y E) Filtro adsorbente.

c) Pre-calentador de paso (Apéndice 11.3) construido en aluminio con una resistencia eléctrica en espiral de 850 W. Para alcanzar una temperatura de 150 °C en el aire secante, se diseñó y construyó un pre-calentador de aire a base de una resistencia eléctrica comercial operada a 220 V, con las características descritas en la Figura 14. La incorporación del pre-calentador al sistema de secado permitió alcanzar temperaturas superiores a los 200 °C con flujos de aire de 200 L/min en periodos de tiempo cortos. El diseño del pre-calentador se basó en una resistencia eléctrica en forma de espiral, como fuente de calor, cubierta por un cuerpo de aluminio y colocada en el interior de una cámara de circulación de aire. La cubierta del pre-calentador se construyó de forma cilíndrica para facilitar el sellado hermético con cordón de soldadura de aluminio en las uniones. De esta manera

se evitaron las pérdidas de aire y calor. La entrada y salida de aire de la cámara de circulación se colocaron en cada una de las dos paredes opuestas del equipo.



**Figura 14.** Pre-calentador para acondicionar la temperatura del aire secante a una temperatura estable cercana a la de operación del secador por aspersión.

La temperatura máxima alcanzada con el pre-calentador en un lapso de 40 min con un flujo de aire secante de 200 L/min fue de 220 °C. En combinación con el calentador de la cámara de calentamiento del secador por aspersión se pudo alcanzar una temperatura de 180 °C en 20 min. A pesar de que el sistema de calefacción de aire puede operar a temperaturas superiores a los 220 °C, no se recomienda hacerlo debido a que hay componentes en el equipo de secado que son sensibles a esas temperaturas. Por ello, se instaló en la alimentación de energía eléctrica del pre-calentador un *dimmer* (Figura 15) para ajustar el paso de corriente eléctrica a un nivel cercano a la temperatura de operación. De esta manera, el calentador de aire provisto de un controlador electrónico ayudó al control de la temperatura de operación del aire secante.

Con el propósito de reducir las pérdidas de calor, el pre-calentador fue recubierto con un acolchado de lana de fibra de vidrio, de aproximadamente 3 cm de espesor, en cada una de las caras del

equipo. Como soporte del acolchado se colocó lámina de asbesto, que se sujetó con cinta engomada de aluminio resistente a temperaturas altas. Durante la operación del pre-calentador, se detectó que la superficie experimentó cambios mínimos de temperatura, esto probó una retención de calor alta en el sistema.



**Figura 15.** *Dimmer* de 2000 W/110 V para el control de corriente en la línea de alimentación de corriente eléctrica al pre-calentador.

**7.1.2. Corriente de aire de asperjado.** En la corriente de aire de asperjado se instaló:

a) Un Compresor Coleman Modelo Black Max de 3.5 HP de una etapa libre de aceite. El compresor proporcionó flujos de aire a presiones superiores a 5 bar, suficiente para producir conos de asperjado sin escurrimientos durante las pruebas con agua. Además, la corriente de aire estuvo libre de aceite, debido al tipo de compresor.

b) Secador de aire por refrigeración SMC Modelo IFD-3D (Apéndice 11.4) con capacidad de 350 L/min. El contenido de humedad del aire de asperjado es una variable importante para evitar que la corriente introduzca humedad a la cámara de secado y reduzca la capacidad de secado de la corriente de aire secante o afecte la humedad de los polvos. En pruebas preliminares se observó que la primera cantidad de aire que sale de la manguera hacia el aspersor sale con condensados. La humedad de esta corriente de aire se logró reducir por medio de un secador de aire por refrigeración que elimina la humedad del aire enfriando el fluido hasta su temperatura de rocío para condensar y eliminar la humedad, entregando aire seco a temperatura ambiente. En la Figura 16 se puede

observar el secador de aire por refrigeración que tiene una capacidad de 350 L/min para operar a una presión de 0.7 MPa (101.5 psi) con aire a una temperatura a la entrada de 5-50 °C.

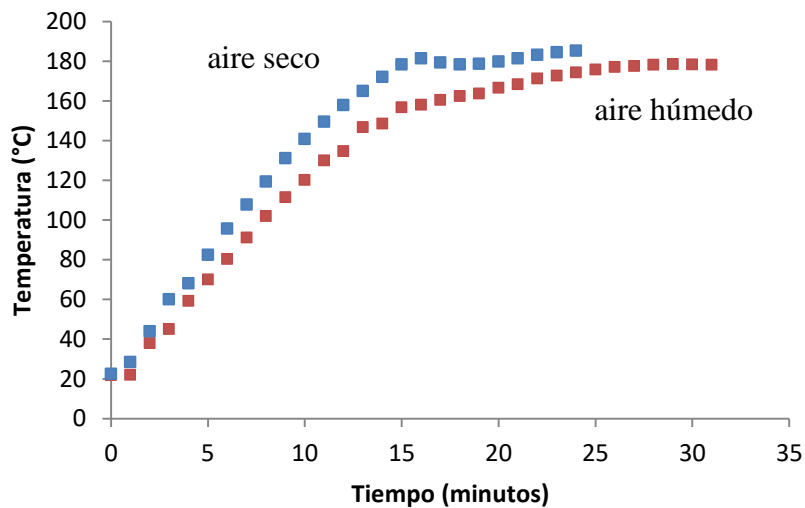


**Figura 16.** Secador de aire por refrigeración.

Previamente el equipo se probó en la corriente de aire secante obteniendo temperaturas mayores cuando se utilizó la corriente de aire deshumidificado. En la Figura 17 se muestra una gráfica el perfil de temperaturas durante el calentamiento del aire húmedo contra el aire deshumidificado. Se pudo observar que hubo una elevación de la temperatura del aire seco más rápida en comparación con el aire húmedo. Esto implicó un mayor consumo de energía del aire húmedo que el aire deshumidificado para alcanzar la misma temperatura.

**7.1.3. Alimentación.** La corriente de aire secante promovió un efecto sifón sobre la alimentación con flujos del orden de 4.1 mL/min con agua y de 2.9 mL/min con jugo de jitomate formulado. Bajo estas condiciones se realizaron pruebas de secado con aire secante a razón de 200 L/min y una temperatura de 150 °C, así como una presión de aire de asperjado de 5 bar. Bajo estas condiciones se realizaron pruebas de secado con aire secante a razón de 200 L/min y una

temperatura de 150 °C, así como una presión de aire de asperjado de 5 bar. Se observó que al introducir jugo de jitomate formulado con un flujo de la alimentación de 2.1 mL/min, hubo una producción adecuada de polvos sin la aparición de condensados en la cámara de secado. De acuerdo a los resultados obtenidos las condiciones de operación aquí descritas fueron las que se establecieron como las definitivas para la realización de la presente investigación (Tabla 6).



**Figura 17.** Efecto de la presencia de humedad en el perfil de temperaturas del aire secante durante el calentamiento.

**Tabla 6.** Condiciones de operación para el secado por aspersión.

	Aire secante	Aire de asperjado	Alimentación
<b>Flujo</b>	200 L/min	--	2.1 mL/min
<b>Temperatura</b>	150 °C	--	42 °C
<b>Presión</b>	--	5 bar	--



**7.1.4. Configuración final del sistema de secado utilizado.** La configuración final del sistema de secado por aspersión se muestra en la Figura 18. El sistema incorporó una serie de elementos para proporcionar una corriente de aire secante con un flujo máximo de 200 L/min a una temperatura máxima de 200 °C, libre de aceite, humedad y partículas suspendidas de hasta 0.05 micras; además una corriente de aire de asperjado libre de aceite y humedad a presiones de hasta 6 bar.

## **7.2. Obtención de extracto de semilla de mango**

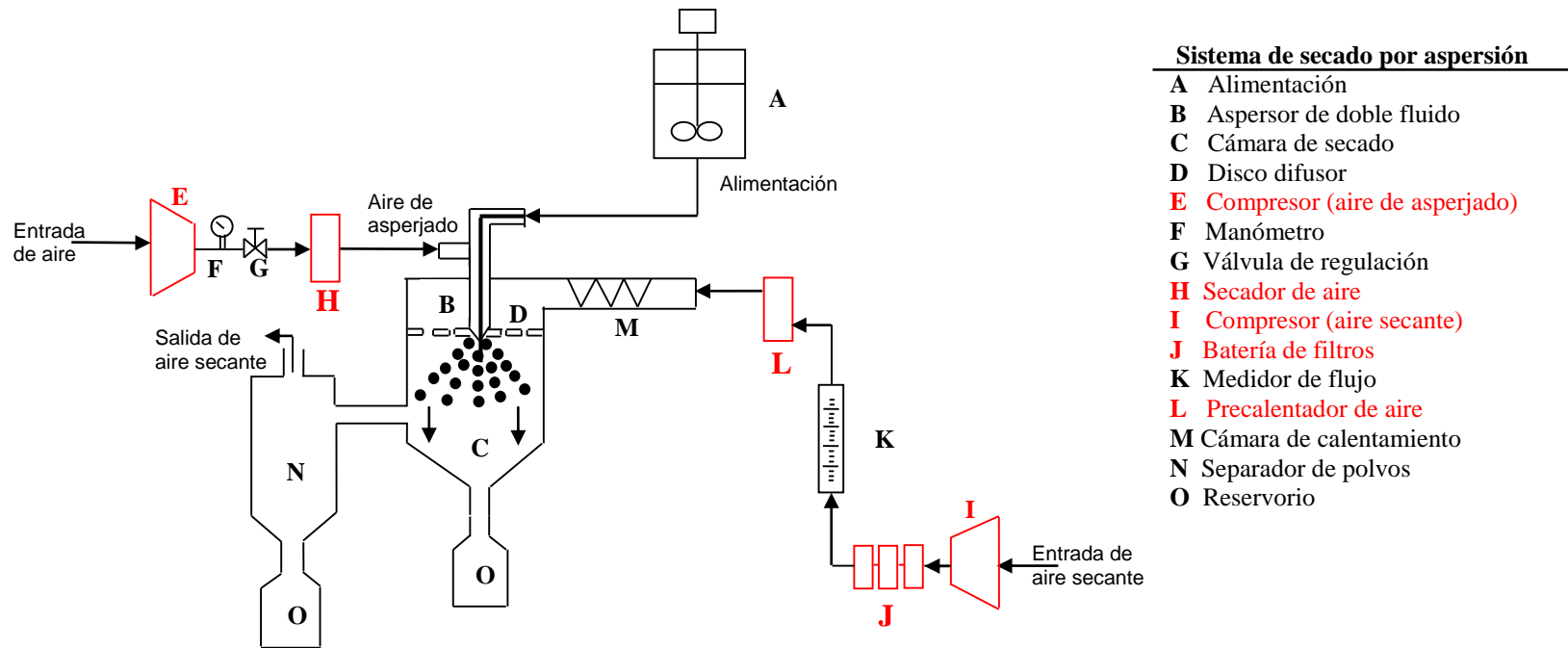
Se obtuvo un extracto viscoso de color café amarillo con un rendimiento de  $14.9 \pm 2.5\%$ . El rendimiento obtenido fue mayor al reportado por Jiménez-Durán (2015) de  $12.2 \pm 0.3\%$  y del límite superior reportado por Dorta *et al.* (2012),  $4 \pm 0.4 - 12 \pm 1.0\%$ . El rendimiento reportado en este trabajo resultó mayor en un 21% al reportado por Jiménez-Durán (2015). La mejora en el rendimiento muy probablemente se deba a la molienda fina que se hizo de la semilla de mango que incrementó el área de contacto de la semilla con el disolvente.

## **7.3. Determinación de humedad**

El porcentaje de sólidos en el jugo determinado experimentalmente fue de  $6.17 \pm 0.03\%$ . Este valor fue tomado como base para la formulación de los jugos de jitomate con los coadyuvantes de secado maltodextrina y suero lácteo.

## **7.4. Rendimiento de polvos de jugo de jitomate secado por aspersión**

En la Tabla 7 se muestran los resultados obtenidos durante la formulación del jugo de jitomate con distintas concentraciones de coadyuvantes y extracto de semilla de mango, así como durante el secado por aspersión de dichas muestras. La aportación de sólidos por parte del extracto de semilla de mango al jugo de jitomate se consideró despreciable.



**Figura18.** Configuración final del sistema de secado por aspersión de una etapa. Modificado de Checa-Peralta (2013).

**Nota.** Las secciones resaltadas corresponden a accesorios incorporados en el sistema de secado.

**Tabla 7.** Contenido de sólidos de los jugos formulados, así como los flujos de la alimentación, la duración del proceso y el porcentaje de recuperación de polvos en el secado por aspersión de jugo de jitomate.

<b>TRATAMIENTO</b>	<b>SOLIDOS (%)</b>	<b>TIEMPO DE SECADO(min)</b>	<b>FLUJO DE ALIMENTACIÓN (g/min)</b>	<b>RECUPERACIÓN DE POLVOS (%)</b>
T <sub>1</sub>	11.3 ± 0.0	84.3 ± 30.9	2.0 ± 0.7	12.6 ± 6.2
T <sub>2</sub>	11.5 ± 0.3	73.3 ± 10.7	2.7 ± 0.9	12.1 ± 2.2
T <sub>3</sub>	11.8 ± 0.0	83.7 ± 18.6	1.9 ± 0.6	10.2 ± 2.7
T <sub>4</sub>	11.9 ± 0.1	101.3 ± 37.8	1.9 ± 0.6	19.9 ± 3.6
T <sub>5</sub>	16.0 ± 0.1	76.7 ± 7.6	1.9 ± 0.2	24.3 ± 3.2
T <sub>6</sub>	16.1 ± 0.1	81.0 ± 18.5	1.6 ± 0.6	17.2 ± 1.0
T <sub>7</sub>	16.4 ± 0.0	97.5 ± 17.7	1.2 ± 0.1	41.0 ± 9.6
T <sub>8</sub>	16.6 ± 0.1	71.7 ± 10.4	1.4 ± 0.6	28.5 ± 8.0

**Nota.** Los resultados de las determinaciones son el promedio de duplicados ± la desviación estándar.

Los resultados de la Tabla 7 muestran el cambio importante que experimentó la composición del jugo de jitomate con la presencia de coadyuvantes. Al comparar los tratamientos con un contenido de maltodextrina en una proporción 1:1 (maltodextrina : sólidos totales), se observó que en los tratamientos T<sub>1</sub> y T<sub>2</sub> el porcentaje promedio de sólidos fue de 11.4%, mientras que los tratamientos T<sub>3</sub> y T<sub>4</sub> tuvieron una concentración promedio de sólidos de 11.8%, una concentración ligeramente superior a los tratamientos T<sub>1</sub> y T<sub>2</sub> debido a la presencia de suero lácteo. En el caso de los tratamientos con maltodextrina en una proporción 2:1 (maltodextrina : sólidos totales), en los tratamientos T<sub>5</sub> y T<sub>6</sub> la concentración promedio de sólidos fue de 16.1%; la adición de una mayor cantidad de maltodextrina, así como la presencia de suero lácteo provocó que la concentración promedio de sólidos en los tratamientos T<sub>7</sub> y T<sub>8</sub> se ubicará en 16.5%.

Para condiciones de secado semejantes, Checa-Peralta (2013) adicionó maltodextrina en una proporción 3.1 : 1 para alcanzar una concentración de sólidos en el jugo de jitomate del 14% y evaporó una porción de ésta para alcanzar una concentración de sólidos del 23%; los rendimientos obtenidos fueron del 43.5 % y 62.5 %, respectivamente. Goula y Adamopoulos, (2004b) reportaron una recuperación de producto del 62 al 65 % en el secado de jugo de jitomate con una concentración de sólidos de 14 % a 18 % y aire secante deshumidificado a 140 °C. Probablemente el bajo porcentaje de recuperación de polvos obtenido en los tratamientos se debió a la menor concentración de sólidos en las muestras de jugo. La eficiencia en la recuperación de polvos aumenta con la concentración de sólidos en los jugos de frutas (López *et al.*, 2009).

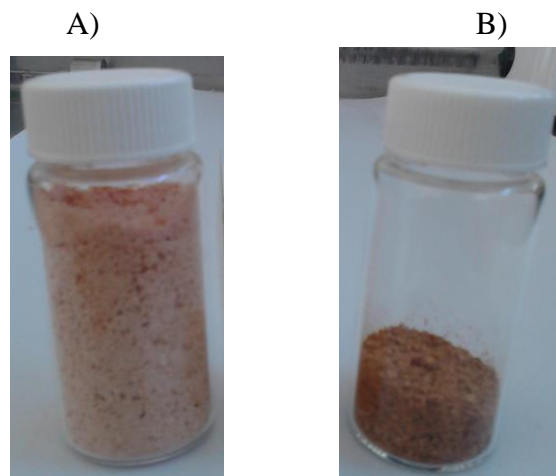
Al respecto se puede agregar que durante el transporte de las muestras de jitomate hacia la cámara de secado se detectaron variaciones en el flujo a nivel de la boquilla de asperjado en forma de pulsos. Estos pulsos probablemente se debieron al estrechamiento del conducto que se presenta en la boquilla de aspersión en combinación con los cambios en las propiedades de flujo de la alimentación, como la viscosidad, la densidad y el tamaño de partícula (Nath y Satpathy, 1998) debido a la presencia de los coadyuvantes, así como al sifón utilizado como medio de impulsión de la alimentación hacia la boquilla de asperjado.

Otro factor que pudo haber influido en la variabilidad en los datos fue el flujo de aire secante, debido a que al inicio del proceso el flujo alcanzado era de 200 L/min, sin embargo, conforme el proceso fue avanzando el flujo de aire se redujo hasta los 175 L/min. Esto pudo influir en la recuperación de polvos en el ciclón, debido a que velocidades bajas en el ciclón reducen la recuperación de polvos (Jiménez *et al.*, 2008). Las partículas de polvo requieren de una energía cinética alta para la fuerza centrífuga que actúa sobre ellas en su recorrido por el ciclón, las obligue a impactar con la pared del ciclón. De esta manera, las partículas de polvo pierden energía cinética y caen al colector de polvos por gravedad (Jiménez *et al.*, 2008).

La pérdida de polvos también se atribuye a la re-suspensión de sólidos en el ciclón, adherencia de polvos en la cámara de secado debido a la higroscopicidad de los azúcares de bajo peso molecular presentes en el producto, aglomeración de polvos en la cámara de secado como resultado de un cambio en el ángulo de aspersion de la boquilla durante el montaje, la baja concentración de sólidos en el jugo debido a que al disminuir la viscosidad y la densidad del jugo, la distribución de partículas es deficiente en el ciclón. Esto provoca que el ciclón no pueda retener a los polvos y el aire arrastre a gran parte de los polvos hacia el exterior del ciclón (Checa-Peralta, 2013).

## **7.5. Análisis de parámetros del color**

El color es un índice de calidad importante en procesos de secado porque permite determinar el estado de un producto. Debido a ello, se determinaron los parámetros de color ( $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ) en cada uno de los tratamientos aplicados. Se formaron dos grupos con los polvos obtenidos de cada tratamiento debido a que presentaron características diferentes (Figura 19). Un grupo de polvos se obtuvo de la cámara de secado y otro del ciclón. En el ciclón se obtuvieron polvos muy finos de un color rosado, mientras que los polvos de la cámara de secado fueron más gruesos y de color rojo oscuro. Es por ello que las determinaciones de color así como el análisis de estos datos se realizaron para cada uno de los dos grupos de polvos por separado.



**Figura 19.** Muestras de polvos obtenidas durante el secado por aspersion de jugo de jitomate: A) ciclón, B) cámara de secado.

**7.5.1. ANOVA de los parámetros del color.** Con el propósito de analizar el comportamiento de los parámetros de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  en los polvos de jitomate resultantes de la combinación de los niveles de cada una de las variables independientes (o factores) se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de tres factores. El ANOVA es una prueba paramétrica que requiere para su aplicación que los datos sigan una distribución normal y que las varianzas sean iguales. Esta condición se verificó mediante la prueba de *D'Agostino* para el supuesto de normalidad y la prueba de *Levene* para la homogeneidad de las varianzas (referida también como homocedasticidad). Las pruebas se aplicaron a 32 datos que correspondieron a los duplicados de cada una de las dos réplicas de cada uno de los ocho tratamientos. Los resultados se discuten a continuación.

#### **7.5.1.1. Supuestos de normalidad y homocedasticidad de las varianzas**

**a) Supuesto de normalidad.** Para comprobar la normalidad de los datos, se utilizó la prueba de hipótesis de *D'Agostino* (Apéndice 11.5) en cada parámetro de color. La prueba se seleccionó entre otras pruebas debido a su potencia, simplicidad y aplicación a tamaños de muestra mayores a 30 datos. Los resultados de los polvos del ciclón y de la cámara de secado se muestran en el Apéndice 11.6 A. En cada caso, para cada uno de los parámetros de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ , el *valor p* es mayor a

0.05, por lo que se acepta la hipótesis nula sobre la normalidad de los datos, a un nivel de significancia del 95%.

**b) Supuesto de homocedasticidad de las varianzas.** Se aplicó la prueba de *Levene* a los datos de cada uno de los parámetros de color para corroborar el supuesto de homogeneidad de varianzas. Los resultados que se obtuvieron para los polvos del ciclón y de la cámara de secado se muestran en el Apéndice 11.6 B. El *nivel p* para cada uno de los parámetros de color estuvo por arriba del nivel de significancia de 0.05, lo que significa que se acepta la hipótesis nula sobre la homogeneidad de las varianzas de los datos.

De esta manera, con el cumplimiento de los supuestos de normalidad y homogeneidad de los datos tratados con las pruebas de *D'Agostino* y *Levene* se concluye que se pueden realizar inferencias acerca de los parámetros de la población de donde se extrajeron los datos, por medio de las pruebas paramétricas como el ANOVA, *t-Student*, etc.

**7.5.1.2. ANOVA de tres factores.** Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de tres factores tanto para los polvos del ciclón (Apéndice 11.7) como para los polvos de la cámara de secado (Apéndice 11.8). En las Tablas 8 y 9 se presenta un resumen del ANOVA mostrando el *valor p* y el índice *omega cuadrado* ( $\omega^2$ ) para cada uno de los polvos mencionados.

En la prueba de ANOVA, el *valor p* es una medida de la fuerza de la evidencia en los datos en contra de  $H_0$  (igualdad de medias). Mientras más pequeño sea el *valor p*, más fuerte será la evidencia de la muestra para rechazar  $H_0$ . El *valor p* es el menor valor de  $\alpha$  que conduce al rechazo de  $H_0$ . Para cualquier valor de  $\alpha > \text{valor } p$ , no se puede rechazar  $H_0$ . Por el contrario, para cualquier valor de  $\alpha \leq \text{valor } p$ , se rechaza  $H_0$ .

El valor de  $\omega^2$  es un indicador de la proporción de varianza en la variable dependiente que es explicada por los niveles de la variable independiente. El procedimiento para el cálculo de  $\omega^2$  se muestra en el Apéndice 11.9.

**a) Ciclón.** Para la variable  $L^*$  (Tabla 8) los resultados del ANOVA mostraron que los factores maltodextrina, extracto de semilla de mango, así como las interacciones maltodextrina\*suero lácteo y maltodextrina\*extracto de semilla de mango produjeron efectos diferenciales en la variable dependiente  $L^*$  entre los tratamientos analizados (*valor*  $p < 0.05$ ). Mientras que, el resto de los factores e interacciones (*valor*  $p > 0.05$ ) no produjeron cambios significativos en la variable dependiente. Por su parte, el valor de  $\omega^2$  indicó que estos mismos factores e interacciones en conjunto contribuyeron a explicar la variabilidad de  $L^*$  en un 77%. Las contribuciones de mayor peso se debieron a la maltodextrina y al extracto de semilla de mango, con un 32% y 34.5%, respectivamente. Las interacciones maltodextrina\*suero lácteo y maltodextrina\*extracto de semilla de mango contribuyeron con una variabilidad menor que equivale a 5.9% y 4.6%, respectivamente. Por otro lado, el factor suero lácteo así como las interacciones suero lácteo\*extracto y maltodextrina\*suero lácteo\*extracto no contribuyeron a la variabilidad de  $L^*$ . Finalmente, el 23% de la variabilidad restante de  $L^*$  se atribuyó a otros factores no considerados en el presente estudio.

Para la variable  $a^*$  los resultados del ANOVA mostraron que los factores maltodextrina y extracto de semilla de mango así como la interacción maltodextrina\*suero lácteo (*valor*  $p < 0.05$ ), tuvieron una relación de dependencia entre las variables, y los distintos niveles del factor sí influyeron sobre los valores de la variable dependiente  $a^*$ . En el caso del factor suero lácteo y las interacciones maltodextrina\*extracto, suero lácteo\*extracto y maltodextrina\*suero lácteo\*extracto no produjeron alguna diferencia significativa en los valores de  $a^*$  (*valor*  $p > 0.05$ ). En lo que respecta a los valores  $\omega^2$ , se observó que el factor más importante en la contribución a la variabilidad de  $a^*$  fue el extracto de semilla de mango con un valor de 64%. La contribución a la variabilidad de  $a^*$  por parte de la maltodextrina y de la interacción maltodextrina\*suero lácteo fue de 8% y 8.7%, respectivamente. En conjunto, estos factores y la interacción explicaron la variabilidad de  $a^*$  en un 81%. El resto de la variabilidad se atribuyó a otros factores no considerados en este estudio.



**Tabla 8.** Resultados del ANOVA de tres factores para los parámetros de color de los polvos obtenidos en el ciclón.

FUENTE	$L^*$		$a^*$		$b^*$	
	Valor $p$	$\omega^2$	Valor $p$	$\omega^2$	Valor $p$	$\omega^2$
Maltodextrina	0.000	0.321	0.001	0.080	0.000	0.509
Suero lácteo	0.389	0.000	0.247	0.002	0.000	0.168
Extracto	0.000	0.345	0.000	0.638	0.638	0.000
Maltodextrina*Suelo lácteo	0.006	0.059	0.001	0.087	0.000	0.122
Maltodextrina*Extracto	0.013	0.046	0.291	0.001	0.000	0.082
Suelo lácteo*Extracto	0.269	0.002	0.423	0.000	0.355	0.000
Maltodextrina*Suelo lácteo*Extracto	0.848	0.000	0.136	0.008	0.900	0.000
<b>Total</b>		0.773		0.815		0.881

**Nota.** Extracto se refiere a extracto de semilla de mango.

En el caso de  $b^*$ , los factores que presentaron diferencias en las medias, es decir que tuvieron efecto en la variable dependiente fueron la maltodextrina y suero lácteo, así como las interacciones maltodextrina\*suelo lácteo y maltodextrina\*extracto ( $valor\ p < 0.05$ ). Por otro lado, la contribución de estos factores a la variabilidad de  $b^*$ , dada por el valor de  $\omega^2$ , fue mayor para la maltodextrina con un valor del 51%. Otras contribuciones importantes aunque menores fueron del suero lácteo, y las interacciones maltodextrina\*suelo lácteo y maltodextrina \*extracto con valores de 17 y 12 y 8%, respectivamente. La contribución conjunta a la variabilidad de  $b^*$  por estos factores y las interacciones mencionadas fue del 88%. Asimismo se concluyó que el resto de la variabilidad fue atribuible a otros factores diferentes a los de este estudio.

De los tres parámetros de color, el más importante para el presente proyecto fue  $a^*$  debido a que está relacionado con el color rojo de los polvos, y este a su vez está asociado con la concentración de licopeno. Debido a la correlación positiva que diversos autores han encontrado entre el color rojo y el contenido de licopeno, cualquier aumento en  $a^*$  se relacionaría con un aumento en el

contenido o retención de licopeno. De estos resultados se observó que el factor que más contribuye a la variabilidad de  $a^*$  es el extracto junto con la maltodextrina. Por lo tanto se concluyó que la presencia de maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango en la formulación de los jugos puede contribuir a mejorar la retención de compuestos bioactivos.

**b) Cámara de secado.** El ANOVA de tres factores para los parámetros de color de los polvos colectados en la cámara de secado se presenta en la Tabla 9. Para  $L^*$ , se observó que los tres factores en estudio, maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango, así como las interacciones maltodextrina\*extracto y maltodextrina\*suero lácteo\*extracto tuvieron una relación de dependencia entre las variables, y los distintos niveles del factor sí influyeron sobre los valores de la variable dependiente  $L^*$ . Mientras que las interacciones maltodextrina\*suero lácteo y suero lácteo\*extracto no mostraron diferencias significativas entre los distintos tratamientos. Por lo que respecta a los valores de  $\omega^2$  se observó que el factor con la mayor contribución a la variabilidad de  $L^*$  fue la maltodextrina con un 68%, seguida por suero lácteo con 10.5%, el extracto de semilla de mango con un 4% y las interacciones maltodextrina\*extracto con un 5.6% y maltodextrina\*suero lácteo\*extracto con un 1.4%. Estos factores y sus interacciones conjuntamente explicaron la variabilidad de  $L^*$  en un 90%. El resto de la variabilidad la explicaron otros factores no considerados en el estudio.

Con respecto al factor  $a^*$ , de los resultados de ANOVA se observó que los factores maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango, así como la interacción maltodextrina\*suero lácteo\*extracto de semilla de mango presentaron diferencias entre las medias de los tratamientos (*valor p*<0.05); mientras que las interacciones maltodextrina\*suero lácteo, maltodextrina\*extracto y suero lácteo\*extracto no produjeron cambios significativos en el valor de  $a^*$  en los distintos tratamientos con los diferentes niveles de los factores estudiados.

**Tabla 9.** Resultados del ANOVA de tres factores para los parámetros de color de los polvos obtenidos en la cámara de secado.

FUENTE	<i>L*</i>		<i>a*</i>		<i>b*</i>	
	Valor <i>p</i>	$\omega^2$	Valor <i>p</i>	$\omega^2$	Valor <i>p</i>	$\omega^2$
Maltodextrina	0.000	0.678	0.000	0.678	0.000	0.358
Suero lácteo	0.000	0.105	0.000	0.180	0.821	0.000
Extracto	0.001	0.040	0.010	0.022	0.486	0.000
Maltodextrina*Suelo lácteo	0.057	0.009	0.972	0.000	0.087	0.019
Maltodextrina*Extracto	0.000	0.056	0.268	0.001	0.000	0.305
Suelo lácteo*Extracto	0.941	0.000	0.252	0.001	0.812	0.000
Maltodextrina*Suelo lácteo*Extracto	0.029	0.014	0.013	0.020	0.008	0.063
Total		0.903		0.902		0.745

**Nota.** Extracto se refiere a extracto de semilla de mango.

Con respecto a los valores de  $\omega^2$  se determinó que la maltodextrina, con una contribución a la variabilidad de *a\** de un 68%, fue el factor que proporcionó la mayor contribución. Los factores suero lácteo, extracto de semilla de mango y la interacción maltodextrina\*suelo lácteo\*extracto de semilla de mango también contribuyeron a explicar la variabilidad de *a\** aunque en menor proporción con un 18%, 2% y 2%, respectivamente. Los factores y sus interacciones explican la variabilidad de *a\** de manera conjunta en un 90%.

Para *b\** el factor maltodextrina así como las interacciones maltodextrina\*extracto y maltodextrina\*suelo lácteo\*extracto presentaron medias diferentes en el ANOVA, lo que implica que los niveles de los factores estudiados produjeron cambios en la variable *b\**. Del cálculo de  $\omega^2$  se obtuvo que los factores que más contribuyeron a la variabilidad de *b\** fueron la maltodextrina y la interacción maltodextrina\*extracto, en un 36% y 31%, respectivamente. Las interacciones maltodextrina\*suelo lácteo y maltodextrina\*suelo lácteo\*extracto de semilla de mango también contribuyeron a explicar la variabilidad de *b\** en un 1.9% y 6.3%. La contribución conjunta de

estos factores señalados a la explicación de la variabilidad de  $b^*$  fue de aproximadamente un 75%. El porcentaje restante se atribuyó a factores no considerados en el estudio.

Como se ha mencionado, el parámetro más importante es  $a^*$  debido a que está relacionado con el color rojo de los polvos, y este a su vez está asociado con la concentración de licopeno en una relación positiva. De esta manera, un mayor valor de  $a^*$  implicaría una mayor concentración de licopeno. Por lo tanto, con los resultados se sustenta la posibilidad de que la presencia de maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango en la formulación de los jugos sea conveniente para mejorar la retención de licopeno.

**7.5.2. Prueba de Tukey.** La prueba de HSD de *Tukey* es una prueba estadística de comparaciones múltiples que permite comparar las medias de los diferentes niveles de un factor para identificar las medias de los tratamientos que son diferentes para cada una de las variables dependientes. En ese caso se aplicó a los parámetros de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ , tanto para los polvos del ciclón como de la cámara de secado.

**a) Polvos del ciclón.** Los resultados de la prueba de *Tukey* para los polvos del ciclón aparecen en la Tabla 10. Se pudo observar que la presencia de maltodextrina a concentraciones mayores tiende a incrementar el valor de  $L^*$  en los tratamientos, especialmente en ausencia de extracto de semilla de mango. Al parecer, el aumento en la concentración de maltodextrina en los polvos ejerce un efecto de dilución sobre el color rojo del jitomate. Además, es probable que en la ausencia de extracto de semilla de mango se presente una degradación del licopeno que proporciona el color rojo del jitomate, y por ello se observe un aumento del valor de  $L^*$ .

En el caso del parámetro  $a^*$ , se observó que los tratamientos con maltodextrina en una proporción 1:1 y con extracto, con o sin suero lácteo, son equivalentes y tienen los valores más altos de  $a^*$ , (tratamientos 4 y 2). Estos resultados muestran que el efecto del suero lácteo en estos tratamientos no tiene un efecto significativo en  $a^*$ .

**Tabla 10.** Resultados de la prueba de *Tukey* para los polvos obtenidos en el ciclón.

TRATAMIENTO		$L^*$	TRATAMIENTO		$a^*$	TRATAMIENTO		$b^*$
7	T <sub>7</sub>	83.9 ± 0.7 <sup>a</sup>	4	T <sub>4</sub>	12.6 ± 0.6 <sup>a</sup>	1	T <sub>1</sub>	17.9 ± 0.7 <sup>a</sup>
5	T <sub>5</sub>	83.7 ± 0.3 <sup>a,b</sup>	6	T <sub>6</sub>	12.1 ± 1.0 <sup>a,b</sup>	2	T <sub>2</sub>	17.2 ± 0.9 <sup>a</sup>
1	T <sub>1</sub>	81.3 ± 0.5 <sup>b,c</sup>	2	T <sub>2</sub>	11.4 ± 0.2 <sup>a,b</sup>	3	T <sub>3</sub>	15.4 ± 1.0 <sup>b</sup>
8	T <sub>8</sub>	81.0 ± 1.5 <sup>c</sup>	8	T <sub>8</sub>	10.7 ± 0.7 <sup>b,c</sup>	6	T <sub>6</sub>	14.4 ± 0.6 <sup>b,c</sup>
6	T <sub>6</sub>	79.8 ± 1.1 <sup>c,d</sup>	3	T <sub>3</sub>	9.9 ± 0.4 <sup>c</sup>	4	T <sub>4</sub>	14.2 ± 0.3 <sup>b,c</sup>
3	T <sub>3</sub>	79.6 ± 1.6 <sup>c,d</sup>	1	T <sub>1</sub>	9.8 ± 0.5 <sup>c</sup>	8	T <sub>8</sub>	14.0 ± 0.3 <sup>b,c</sup>
2	T <sub>2</sub>	79.5 ± 1.0 <sup>c,d</sup>	5	T <sub>5</sub>	9.2 ± 0.5 <sup>c,d</sup>	5	T <sub>5</sub>	13.1 ± 0.5 <sup>c</sup>
4	T <sub>4</sub>	78.5 ± 0.7 <sup>d</sup>	7	T <sub>7</sub>	8.2 ± 1.0 <sup>d</sup>	7	T <sub>7</sub>	13.0 ± 0.1 <sup>c</sup>

**Nota.** Los datos se expresan como la media de mediciones por duplicado ± desviación estándar. Las medias con letras diferentes indican una diferencia significativa ( $\alpha=0.05$ ) de acuerdo a el método de rangos múltiples de *Tukey*.

Además se observó que los tratamientos 4 y 2 son equivalentes con el tratamiento 6, que posee maltodextrina en una proporción 2:1 y extracto de semilla de mango. Por lo tanto, los resultados reflejan que los tratamientos 2, 4 y 6 son los mejores para retener el color rojo del jitomate. Por la relación que existe entre el color rojo y el contenido de licopeno se consideró como probable que los tratamientos 2, 4 y 6 permitieron mejorar la retención de licopeno.

Adicionalmente se pudo observar que los tratamientos con maltodextrina en una proporción 2:1 sin extracto, con o sin suero lácteo, también son equivalentes y mostraron valores de  $a^*$  menores. Este resultado mostró que incrementando solo el contenido de maltodextrina en los jugos, o incluso agregando suero lácteo, no fue suficiente para mejorar la retención del color rojo. La retención del color rojo sólo se mejoró con la presencia de extracto de semilla de mango. Esta observación fue vista con reserva puesto que en el análisis de  $L^*$  se planteó la posibilidad de un efecto de dilución de los sólidos de jitomate por la presencia de una mayor cantidad de maltodextrina.

Para obtener una conclusión más acertada se consideró la determinación de compuestos fenólicos que se comenta en un apartado posterior. En cuanto a  $b^*$ , se pudo apreciar que los tratamientos 1 y 2, con maltodextrina en una proporción 1:1, con y sin extracto, fueron equivalentes entre sí. Además se observó una diferencia estadísticamente significativa entre estos tratamientos con los tratamientos 5 y 7, equivalentes entre ellos. Estos tratamientos reflejaron un efecto de la maltodextrina en  $b^*$ , sin un efecto aparente debido al suero lácteo o al extracto de semilla de mango. El resto de los tratamientos no mostraron diferencias estadísticamente significativas. El parámetro  $b^*$  está asociado con el grado de "amarillez" de una muestra. Entre más intenso sea el color amarillo de la muestra, mayor será el valor de  $b^*$ .

En productos de jitomate procesados se ha observado que la isomerización de *trans*-licopeno a su forma *cis* incrementa los valores de  $b^*$  (Shi *et al.*, 1999). Los resultados de los tratamientos 5 y 7 indican posiblemente que la maltodextrina en una proporción 2:1 respecto a los sólidos del jitomate ayudaron a reducir la isomerización del *trans*-licopeno a *cis*-licopeno.

**b) Polvos de la cámara de secado.** Los resultados de la prueba de *Tukey* para los polvos de la cámara de secado aparecen en la Tabla 11. Los valores de  $L^*$  para las muestras colectadas en la cámara de secado (80.3-60.8) son significativamente menores respecto a los valores de  $L^*$  de las muestras del ciclón (83.9-78.5). Este comportamiento se atribuyó a que las temperaturas más altas de la cámara de secado inducen reacciones de Maillard que promueven el oscurecimiento de los polvos retenidos en la cámara de secado. Adicionalmente se observó que los tratamientos con mayor contenido de maltodextrina (tratamientos 7, 8, 6, 5), que resultaron equivalentes entre sí, así como el tratamiento 4, equivalente con los tratamientos 8, 6 y 5, mostraron valores de  $L^*$  mayores. El valor de  $L^*$  mayor en las muestras con mayor contenido de maltodextrina se asoció a un efecto de dilución de los polvos de jitomate.

En lo que respecta a los valores de  $a^*$  de los polvos de la cámara de secado (17.6-9.7), estos fueron mayores que los valores de los polvos del ciclón (12.6-8.2). Se observó que los valores más altos de  $a^*$  fueron para los tratamientos 1 y 2, ambos con maltodextrina en una proporción 1:1, con y sin extracto de semilla de mango, respectivamente. Mientras que los tratamientos con los valores más bajos de  $a^*$  fueron los tratamientos 6, 7 y 8, con la característica de ser estadísticamente equivalentes, con un contenido de maltodextrina en una proporción 2:1, con y sin suero lácteo y con extracto de semilla de mango. El resultado fue diferente a lo esperado porque el extracto de semilla de mango no tuvo un efecto significativo en la retención del color. Probablemente el comportamiento de  $a^*$  se deba al oscurecimiento de los polvos de jitomate debido a reacciones de Maillard promovidas durante la retención de los polvos en la cámara de secado a temperaturas altas.

Finalmente, los valores de  $b^*$  de las muestras de la cámara de secado (24.3-18.3) fueron mayores que los valores del ciclón (17.9-13.0). Los valores mayores de  $b^*$  corresponden a los tratamientos 3, 1, 8 y 2, que son estadísticamente equivalentes. No se observa una tendencia clara en los datos por efecto del tratamiento, porque algunos tratamientos contienen extracto (tratamiento 8 y 2) y otros no (tratamiento 3 y 1). Incluso algunos tienen suero lácteo (tratamientos 3 y 8) y otros no (tratamientos 1 y 2).

**Tabla 11.** Resultados de la prueba de *Tukey* para los polvos obtenidos en el cámara de secado.

TRATAMIENTO		<i>L</i> *	TRATAMIENTO		<i>a</i> *	TRATAMIENTO		<i>b</i> *
7	T <sub>7</sub>	80.3 ± 2.7 <sup>a</sup>	1	T <sub>1</sub>	17.6 ± 0.6 <sup>a</sup>	3	T <sub>3</sub>	24.3 ± 0.7 <sup>a</sup>
8	T <sub>8</sub>	77.9 ± 3.0 <sup>a,b</sup>	2	T <sub>2</sub>	16.8 ± 1.0 <sup>a,b</sup>	1	T <sub>1</sub>	23.8 ± 0.4 <sup>a</sup>
6	T <sub>6</sub>	76.7 ± 0.4 <sup>a,b</sup>	3	T <sub>3</sub>	15.7 ± 0.3 <sup>b,c</sup>	8	T <sub>8</sub>	22.0 ± 1.6 <sup>a,b</sup>
5	T <sub>5</sub>	75.4 ± 1.3 <sup>a,b</sup>	4	T <sub>4</sub>	13.9 ± 0.7 <sup>c,d</sup>	2	T <sub>2</sub>	22.0 ± 1.0 <sup>a,b</sup>
4	T <sub>4</sub>	73.2 ± 2.0 <sup>b</sup>	5	T <sub>5</sub>	13.4 ± 0.1 <sup>d,e</sup>	4	T <sub>4</sub>	20.2 ± 1.4 <sup>b,c</sup>
2	T <sub>2</sub>	65.3 ± 3.7 <sup>c</sup>	6	T <sub>6</sub>	11.6 ± 0.1 <sup>e,f</sup>	6	T <sub>6</sub>	19.8 ± 2.3 <sup>b,c</sup>
3	T <sub>3</sub>	65.1 ± 1.9 <sup>c</sup>	8	T <sub>8</sub>	10.4 ± 1.6 <sup>f</sup>	5	T <sub>5</sub>	18.8 ± 0.4 <sup>c</sup>
1	T <sub>1</sub>	60.8 ± 0.3 <sup>c</sup>	7	T <sub>7</sub>	9.7 ± 1.4 <sup>f</sup>	7	T <sub>7</sub>	18.3 ± 0.9 <sup>c</sup>

**Nota.** Los datos se expresan como la media de mediciones por duplicado ± desviación estándar. Las medias con letras diferentes indican una diferencia significativa ( $\alpha=0.05$ ) de acuerdo a el método de rangos múltiples de *Tukey*.



Por otro lado, los tratamientos con los valores más bajos de  $b^*$  fueron los tratamientos 5 y 7, que contienen maltodextrina en una proporción 2:1 y no contienen extracto de semilla de mango. Particularmente el grupo de cuatro tratamientos con extracto de semilla de mango forma un grupo homogéneo ubicado entre los dos grupos extremos de valores de  $b^*$ .

## **7.6. Fenoles totales**

**7.6.1. ANOVA de tres factores.** Los resultados del ANOVA de los datos correspondientes a la concentración de fenoles totales en los polvos de la cámara de secado y del ciclón se muestran en la Tabla 12. Para los polvos del ciclón, el ANOVA indica que hay diferencia en las medias de los tratamientos (*valor p* <0.05) para los diferentes niveles de los factores. Además el valor de  $\omega^2$  indica que la variabilidad del contenido de fenoles totales en los polvos de jitomate se debe casi exclusivamente al extracto de semilla de mango (92%). Con las contribuciones de los demás factores estudiados se logró explicar el 99% de la variabilidad de los fenoles totales.

Para el caso de los polvos de la cámara de secado, se pudo observar que como resultado del ANOVA, solo el factor extracto de semilla de mango y las interacciones maltodextrina\*extracto y maltodextrina\*suero lácteo\*extracto reflejaron diferencias de medias. La contribución de este factor y las interacciones señaladas a la variabilidad del contenido de fenoles totales fue de 46% y 41%, respectivamente. De esta manera, la variabilidad total explicada por estos factores fue del 87%. La variabilidad restante se concluyó fue debida a otros factores no considerados en el estudio.

**7.6.2. Prueba de Tukey.** Con el propósito de identificar las medias del contenido de fenoles totales de los tratamientos con diferencias estadísticamente significativas, se realizó la prueba de Tukey. Los resultados de esta prueba para los polvos de la cámara de secado y el ciclón se muestran en la Tabla 13.

**Tabla 12.** ANOVA de tres factores para los datos de fenoles totales de los polvos obtenidos en la cámara de secado y en el ciclón.

FUENTE	CICLÓN		CÁMARA DE SECADO	
	Valor <i>p</i>	$\omega^2$	Valor <i>p</i>	$\omega^2$
Maltodextrina	0.000	0.000	0.983	0.000
Suero lácteo	0.000	0.010	0.953	0.000
Extracto	0.000	0.920	0.000	0.460
Maltodextrina*Suelo lácteo	0.000	0.020	0.173	0.000
Maltodextrina*Extracto	0.000	0.040	0.000	0.410
Suero lácteo*Extracto	0.000	0.010	0.948	0.000
Maltodextrina*Suelo lácteo*Extracto	0.001	0.000	0.000	0.000
Total		0.990		0.870

**Tabla 13.** Prueba de *Tukey* de fenoles totales en los polvos de jitomate del ciclón y la cámara de secado.

CICLÓN			CÁMARA DE SECADO		
Tratamiento		mg EAG/100 g jugo	Tratamiento		mg EAG/100 g jugo
5	T <sub>5</sub>	15.0 ± 0.8 <sup>a</sup>	7	T <sub>7</sub>	32.1 ± 1.0 <sup>a</sup>
7	T <sub>7</sub>	17.6 ± 0.4 <sup>a,b</sup>	5	T <sub>5</sub>	37.3 ± 5.2 <sup>a</sup>
3	T <sub>3</sub>	18.6 ± 2.8 <sup>b</sup>	4	T <sub>4</sub>	48.3 ± 2.3 <sup>b</sup>
1	T <sub>1</sub>	21.2 ± 0.6 <sup>c</sup>	1	T <sub>1</sub>	49.1 ± 4.2 <sup>b,c</sup>
4	T <sub>4</sub>	42.3 ± 1.5 <sup>d</sup>	3	T <sub>3</sub>	54.0 ± 3.3 <sup>b,c</sup>
2	T <sub>2</sub>	43.9 ± 1.1 <sup>d,e</sup>	2	T <sub>2</sub>	56.9 ± 3.2 <sup>c,d</sup>
6	T <sub>6</sub>	45.8 ± 1.3 <sup>e</sup>	6	T <sub>6</sub>	65.2 ± 4.0 <sup>d</sup>
8	T <sub>8</sub>	56.4 ± 0.4 <sup>f</sup>	8	T <sub>8</sub>	73.8 ± 3.9 <sup>e</sup>

**Nota.** Los datos se expresan como la media de mediciones por duplicado ± desviación estándar. Las medias con letras diferentes indican una diferencia significativa ( $\alpha=0.05$ ) de acuerdo a el método de rangos múltiples de *Tukey*.

**a) Polvos del ciclón.** El mayor contenido de fenoles totales correspondió a los tratamientos 8 y 6, que fueron significativamente diferentes. Ambos tratamientos tuvieron maltodextrina en una proporción 2:1 y extracto de semilla de mango. Los tratamientos fueron diferentes por el contenido de suero lácteo. En este caso, el suero lácteo produjo un efecto positivo mejorando la retención de compuestos fenólicos hasta en un 23%. Adicionalmente, el tratamiento 6 fue equivalente al tratamiento 2 cuya diferencia fue el contenido de maltodextrina. Los tratamientos 2 y 4 también resultaron equivalentes debido a que el suero lácteo no contribuyó de manera significativa a generar alguna diferencia en el contenido de fenoles totales. Por lo que respecta al tratamiento 1, resultado significativamente diferente a todos los demás tratamientos. Este tratamiento permitió observar cómo mejora la retención de fenoles totales con la presencia de extracto de semilla de mango (tratamiento 2), cómo se reduce el contenido de fenoles totales con la presencia de suero lácteo (tratamiento 3) y con la presencia de un mayor contenido de maltodextrina (tratamiento 5).

Los contenidos menores de fenoles totales correspondieron a los tratamientos 7, 5 y 3. Entre estos tratamientos con (8 y 6) y sin (7, 5 y 3) extracto de semilla de mango hubo una diferencia en fenoles totales de hasta un 300%. Este análisis evidencia el efecto positivo significativo del extracto de semilla de mango en la retención de compuestos fenólicos.

**b) Polvos de la cámara de secado.** El contenido más alto de fenoles totales se observó en el tratamiento 8, cuya composición fue maltodextrina en una proporción 2:1, suero lácteo y extracto de semilla de mango. El siguiente tratamiento con mayor contenido de fenoles totales lo fue el tratamiento 6, con una formulación igual al tratamiento 8, pero sin suero lácteo. Ambos tratamientos fueron significativamente diferentes con un margen de diferencia del 13%, que se atribuye al suero lácteo. Sin embargo se observó que el suero lácteo no marcó alguna diferencia en las muestras 5 y 7, que resultaron estadísticamente equivalentes. Incluso en los tratamientos 2, 3, 1 y 4, que fueron equivalentes, no se observó un efecto positivo del suero lácteo. Esto muestra que sólo cuando se utilizó la maltodextrina en una relación 2:1, el suero lácteo presenta un efecto sinérgico sobre la retención de fenoles totales en presencia de extracto de semilla de mango.

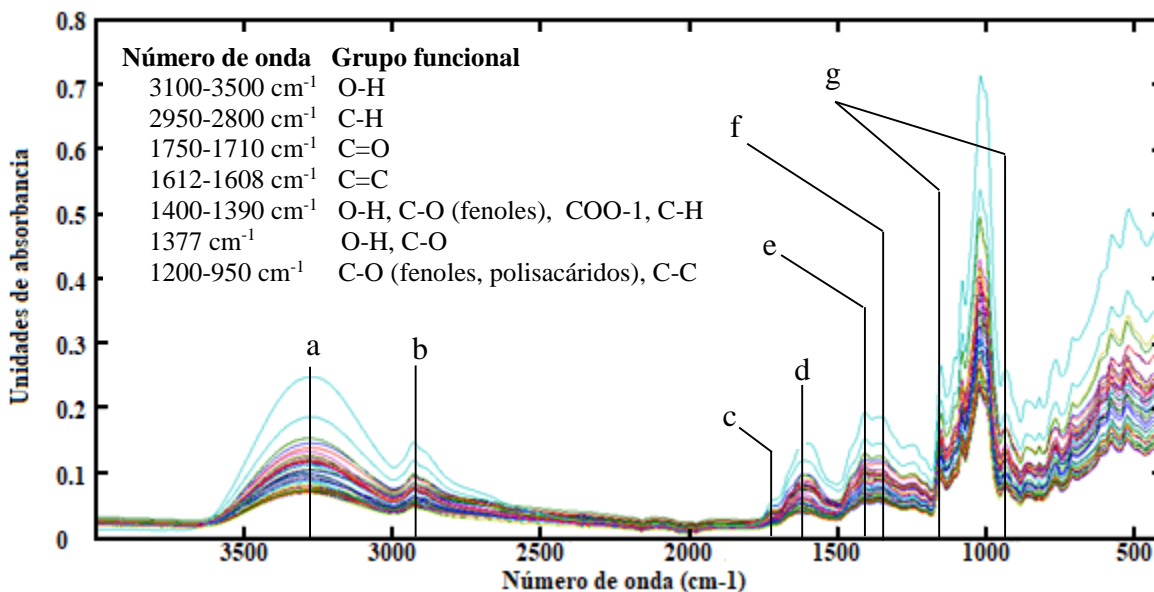
Adicionalmente se observó que el tratamiento 6 fue equivalente al tratamiento 2, lo que hace parecer en esta comparación particular que incrementar la proporción de maltodextrina de 1:1 a 2:1, en presencia de extracto de semilla de mango, no tiene una repercusión significativa en la retención de compuestos fenólicos. En cuanto a los tratamientos 2, 3, 1 y 4 los resultados mostraron cierta homogeneidad en los valores de fenoles totales. Esto hace suponer que la presencia de maltodextrina en una proporción 1:1 en los jugos y con o sin suero lácteo y extracto de semilla de mango, no cambiará de manera significativa el contenido de fenoles totales. En el caso del tratamiento 4, si se duplica la cantidad de maltodextrina el efecto en el contenido de fenoles totales si es muy importante.

Por otro lado, el contenido más bajo de fenoles totales corresponde a los tratamientos 5 y 7, que resultaron equivalentes y estadísticamente diferentes a los demás tratamientos. La diferencia entre estos tratamientos fue el suero lácteo, que no contribuyó a generar alguna diferencia en el contenido de fenoles totales. Sin embargo cuando en estos tratamientos se incorporó extracto de semilla de mango, los valores de fenoles totales cambiaron drásticamente, como se observa en los tratamientos 6 y 8.

Los tratamientos con maltodextrina en una proporción 1:1 presentan un comportamiento similar a los polvos del ciclón. Los valores de fenoles totales de estos tratamientos se agrupan alrededor de los valores extremos de fenoles totales. Por ello, el tratamiento que muestra el mejor resultado en cuanto a la retención de compuestos fenólicos es el que tiene una composición de maltodextrina 2:1, suero lácteo y extracto de semilla de mango.

## **7.7. Adquisición e interpretación de espectros de FTIR-ATR**

En la Figura 20 se muestran los espectros FTIR-ATR en la región del IR medio ( $4000$  a  $400\text{ cm}^{-1}$ ) correspondientes a los distintas muestras de polvo de jitomate obtenidas tanto en la cámara de secado como en el ciclón. Todos los espectros se caracterizaron por un perfil similar encontrando diferencias entre ellos sólo en términos de intensidad.



**Figura 20.** Espectros de FTIR-ATR de polvos de jugo de jitomate obtenidos de la cámara de secado (24 datos) y del ciclón (24 datos) con distintas composiciones con MD, SL y ES.

Las bandas de absorción principales se encontraron a valores de número de onda de 930 cm<sup>-1</sup>, 1017 cm<sup>-1</sup>, 1076 cm<sup>-1</sup>, 1148 cm<sup>-1</sup>, 1242 cm<sup>-1</sup>, 1362 cm<sup>-1</sup>, 1405 cm<sup>-1</sup>, 1613 cm<sup>-1</sup>, 2924 cm<sup>-1</sup> y 3271 cm<sup>-1</sup>. Las bandas más intensas se observaron en la región de la huella digital, entre 1900 y 800 cm<sup>-1</sup>. Esta región incluye información relacionada con los compuestos fenólicos. En la Tabla 14 se presentan las bandas principales que describen a estos compuestos. En esta región, los cambios en las bandas de absorción asociados a la variación en la concentración de los compuestos fenólicos son imperceptibles. Debido a esto, los datos espectrales de FTIR-ATR por sí solos no son de utilidad. En este punto, la aplicación de la técnica de calibración multivariable *PLS* se vuelve importante para cuantificar los pequeños cambios en el espectro de absorción debidos a la variación en la concentración de los fenoles.

## 7.8. Selección de la región espectral para la calibración

La construcción de los modelos de calibración multivariable para la estimación cuantitativa de los fenoles totales requiere previamente la selección de una región espectral. La región espectral

determina el número de puntos espectrales que se utilizan en el cálculo de las variables latentes (Domínguez-Martínez *et al.*, 2014). Para ello, previamente se realizó la clasificación de los datos en el grupo de calibración y el de validación (Apéndice 11.10), de acuerdo a los criterios establecidos en la metodología.

**Tabla 14.** Identificación de las bandas más descriptivas de los compuestos fenólicos en el espectro MIR.

<b>Intervalo de frecuencia (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Enlace</b>	<b>Tipo de vibración</b>	<b>Referencia</b>
1200-1050	C-C	Tensión	Luo <i>et al.</i> , 2011, Domínguez-Martínez <i>et al.</i> , 2014
	C-O (polisacáridos)	Tensión	
	C-O (fenoles)	Tensión	
1377	O-H	Flexión	Ribeiro <i>et al.</i> , 2001
	C-O	Tensión	
1400-1390	O-H (fenoles)	Flexión	Ribeiro <i>et al.</i> , 2001
	C-O (fenoles)	Tensión	
	COO-	Tensión	
	C-C (aromáticos)	Flexión	
	C-H (Metileno)	Flexión	
1750-1710	C=O	Tensión	Ivanova y Singh, 2003
2950-2800	C-H (Metil)	Tensión	Domínguez-Martínez <i>et al.</i> , 2014
	C-H (Metileno)	Tensión	
3500 a 3100	N-H	Tensión	Cascant <i>et al.</i> , 2015
	O-H (agua)	Tensión	Peltre <i>et al.</i> , 2014

En la Tabla 15 se muestran algunos de los ensayos realizados para la identificación de la región espectral MIR de mayor variabilidad relacionada con los compuestos fenólicos presentes en los polvos. Para este análisis se utilizaron 48 espectros, 24 de la cámara de secado y 24 del ciclón. El propósito del análisis fue obtener el mejor modelo de calibración. También se evaluaron distintos métodos de pre-procesamiento de datos espectroscópicos para reducir el ruido presente en los datos.

**Tabla 15.** Ensayos con distintas regiones espectrales para la selección de la región con la mayor correlación entre los cambios en la composición de los fenoles totales y la respuesta espectral.

<b>Intervalo</b>	<b>VL</b>	<i>RMSEC</i>	<i>RMSEVC</i>	$R_{cal}^2$	$R_{VC}^2$
4000 - 400	3	13.46	15.24	0.30	0.15
1750 - 400	3	13.42	15.16	0.31	0.15
1750 - 500	6	9.61	13.67	0.64	0.31
1750 - 600	6	9.91	14.04	0.62	0.30
1750 - 700	6	10.29	14.47	0.59	0.27
1750 - 800	7	9.66	14.43	0.64	0.34
1750 - 900	11	5.85	11.84	0.87	0.58
1750 - 950	11	6.68	12.59	0.83	0.52

Los intervalos fueron seleccionados con base a las correlaciones más altas registradas entre los cambios en la composición y la respuesta espectral. Basados en este análisis, la región espectral con las mejores correlaciones estuvo comprendida entre 1750 y 900  $\text{cm}^{-1}$ , que es la región en la que absorben los grupos químicos relacionados a los compuestos fenólicos. Las técnicas de pre-procesamiento de datos que fueron empleadas para obtener las correlaciones más altas fueron el filtro automático de Whittaker, el filtro de Savitzky-Golay de orden uno y con 15 puntos de suavizamiento, la derivada de orden 2 con una ventana de 15 puntos (algoritmo de Savitzky-Golay), la corrección de dispersión multiplicativa (MSC), y un centrado a la media. El resto de las regiones se consideraron blancos por carecer de información relevante para la calibración.

La selección de la región espectral para la construcción del mejor modelo de predicción es importante porque si se utiliza todo el intervalo de números de onda de la región del infrarrojo medio en la calibración existiría el riesgo de "diluir" las regiones útiles del espectro, haciendo las bandas espectrales grandes menos visibles al algoritmo de análisis multivariable, al mismo tiempo que se incorporaría ruido en el modelo de calibración (Soriano *et al.*, 2007).

Para los demás grupos de datos señalados en la Tabla 4 se realizaron ensayos similares. Los resultados finales se presentan en la siguiente sección. Los intervalos espectrales seleccionados definieron en cada caso el modelo óptimo correspondiente.

## 7.9. Modelos de calibración y validación

La calibración y validación de los modelos desarrollados se llevó a cabo con la ayuda del programa informático *Solo*. Los resultados de la calibración fueron  $RMSEC$ ,  $RMSEVC$ ,  $R_{Cal}^2$  y  $R_{VC}^2$ , así como la gráfica de varianza capturada ( $RMSE$  versus variables latentes). A partir de las gráficas de varianza capturada se seleccionó el número de variables latentes óptimo para cada uno de los modelos de los seis grupos de datos propuestos. A partir de los resultados de  $RMSEC$ ,  $RMSEVC$ ,  $R_{Cal}^2$  y  $R_{VC}^2$  obtenidos para cada uno de los modelos con el número de variables óptimo se determinó la robustez de cada modelo (Tabla 16). En los grupos que tuvieron datos para la validación se obtuvieron los parámetros  $RMSEP$  y  $R_{Pred}^2$ . Un modelo robusto es aquél que tiene una buena capacidad de predicción que se caracteriza por tener valores de  $R^2$  cercanos a uno y valores de  $RMSEC$ ,  $RMSEVC$ , y  $RMSEP$  cercanos a cero (Kyrleou *et al.*, 2015).

**7.9.1. Calibración.** La Tabla 16 muestra los estadísticos de diferentes modelos de regresión de *PLS* obtenidos a partir de seis grupos de datos para predecir el contenido de fenoles totales. De acuerdo a la Tabla 4, estos datos corresponden a los polvos de la cámara de secado, a los polvos del ciclón y a la combinación de datos de la cámara y el ciclón. En cada uno de estos grupos se presentan dos casos: uno con 75% de datos para la calibración y 25% para la validación, y otro con



el 100% de los datos para la calibración. El propósito de éste último grupo fue observar el efecto en la correlación de los datos con la regresión por *PLS*.

El mejor modelo se seleccionó basado en sus valores de *RMSEC* y *RMSEVC* más bajos y los valores de  $R_{Cal}^2$  y  $R_{VC}^2$  más cercanos a uno. Basado en este criterio, el grupo seis mostrado en la Tabla 16 presentó los mejores estadísticos. En este modelo se seleccionaron 12 variables latentes con base a la gráfica del error de calibración y de validación cruzada contra el número de variables latentes (Apéndice 11.11). El número de variables latentes seleccionadas contra el total de los datos de calibración (48 datos) representó el 25%, lo que se ajusta a lo sugerido por Beebe *et al.*, (1998) para tener un modelo robusto (variables latentes menor al 50% de los datos de calibración).

Para este grupo de datos, la *RMSEC* y la *RMSEVC* fueron de 5.42 y 10.4%, respectivamente. Mientras que los valores de  $R_{Cal}^2$  y  $R_{VC}^2$  fueron 0.89 y 0.64, respectivamente. De acuerdo a Kyraleou *et al.* (2015), estos resultados son aceptables para un modelo robusto. La *RMSEC* representa el grado de dispersión de los datos reales de fenoles totales respecto a los valores predichos por el modelo de calibración. Por lo tanto, el resultado de *RMSEC* significó que la predicción del contenido de fenoles totales experimentó desviaciones moderadas alrededor de la línea de calibración. Debido a ello se esperaba un modelo de predicción aceptable ( $R_{Cal}^2=0.89$ .) (Silva *et al.*, 2014).

La gráfica de  $Y_{real}$  contra  $Y_{predicha}$  por el modelo de calibración correspondiente al grupo 6 se muestra en la Figura 21. En esta gráfica se observó una tendencia lineal marcada ( $R_{Cal}^2 = 0.89$ ), sin embargo, con una dispersión de datos visible. La línea de ajuste se aproxima de manera muy cercana a la línea de referencia (1:1), que representa una predicción exacta. Este modelo se obtuvo a partir de 46 datos, después de eliminar dos datos por comportamiento atípico (muestras 27 y 34).

**Tabla 16.** Regiones espectrales óptimas y parámetros estadísticos correspondientes a cada grupo de datos en estudio para la selección del mejor modelo de predicción de fenoles totales en polvos de jugo de jitomate formulado.

Grupo	Región espectral (cm <sup>-1</sup> ) seleccionada	Muestras			Variables latentes	RMSEC	RMSEVC	RMSEP	R <sup>2</sup> <sub>Cal</sub>	R <sup>2</sup> <sub>VC</sub>	R <sup>2</sup> <sub>Pred</sub>
		Totales analizadas	Empleadas en la calibración	Fuera de intervalo							
CÁMARA 1	1750 - 950	24	18	0	7	3.4	13.0	30.2	0.95	0.40	0.50
CICLÓN 3	1750 - 950	24	15	3	6	5.2	20.9	13.0	0.87	0.02	0.38
CÁM+CIC 5	1750 - 900	48	35	2	10	4.8	11.2	13.4	0.91	0.62	0.65
CÁMARA 2	1750 - 950	24	22	2	11	2	10.1		0.98	0.58	
CICLÓN 4	1750 - 950	24	22	2	9	3.7	10.9		0.93	0.46	
CÁM+CIC 6	1750 - 900	48	46	2	12	5.4	10.4		0.89	0.64	

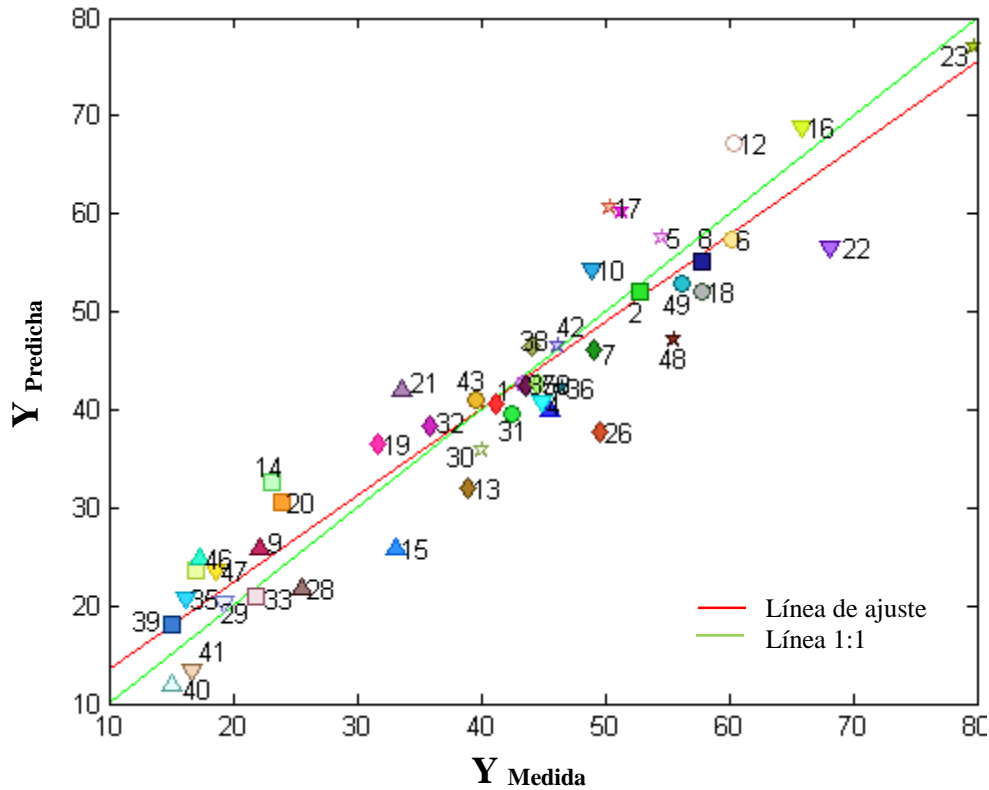
**Grupo 1:** Cámara de secado, 18 datos de calibración y 6 datos de validación; **Grupo 2:** Cámara de secado, 24 datos de calibración y 0 datos de validación. **Grupo 3:** Ciclón, 18 datos de calibración y 6 datos de validación; **Grupo 4:** Ciclón, 24 datos de calibración y 0 datos de validación. **Grupo 5:** Cámara de secado+ciclón, 36 datos de calibración y 12 datos de validación; **Grupo 6:** Cámara de secado+ciclón, 48 datos de calibración y 0 datos de validación.

Por otro lado, la *RMSEVC* determina el grado en el que los datos predichos por la validación cruzada se alejan de los valores reales, lo que significa que también es una prueba de la capacidad de predicción del modelo.

En la Figura 22 se muestra la gráfica de fenoles totales medidos contra fenoles totales predichos mediante validación cruzada. El grado de ajuste de los datos predichos al modelo de calibración se mide con  $R_{VC}^2$ . El resultado de *RMSEVC* fue de 10.4, lo que implica que la predicción de valores de fenoles totales durante la validación interna presenta una mayor dispersión. Este comportamiento se puede observar en la misma Figura 22. Cerca de la línea de calibración hay una concentración de datos importante, sin embargo, algunos datos se dispersan de manera significativa.

En cuanto al valor de  $R_{VC}^2$  de 0.64 indica una baja correlación de los parámetros con el modelo de calibración desarrollado (Silva *et al.*, 2014). Por lo tanto, los datos predichos por el método de validación cruzada reflejan una falta de robustez del modelo para predecir con una mayor exactitud los datos de fenoles totales. Esta carencia de robustez puede ser debida a la falta de datos que consideren la variabilidad de la propiedad de interés (Silva *et al.*, 2014), o a un sobreajuste por el número elevado de variables latentes en el modelo. Otro aspecto a considerar, y probablemente de mayor peso, es la variabilidad de origen en las propiedades de los polvos entre réplicas para cada tratamiento, como se discutió en el apartado 7.4.

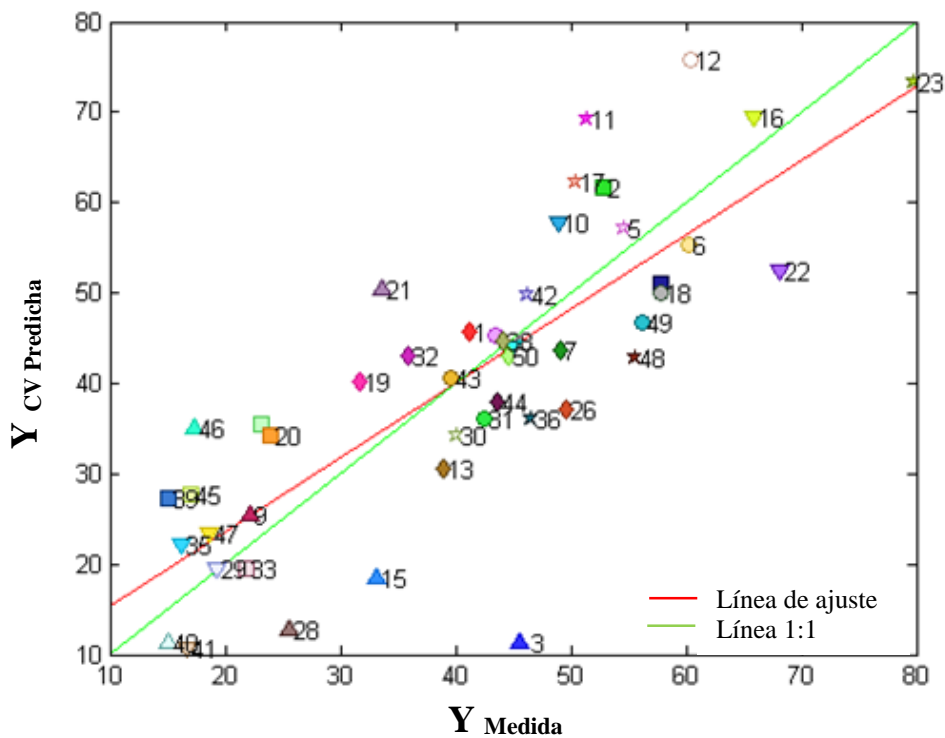
De acuerdo a Beebe *et al.*, (1998) el número de variables latentes deberá ser menor a la mitad del número de muestras del conjunto de calibración para evitar un posible sobreajuste. En la presente investigación, el número de variables latentes en el grupo de datos fue 12, lo que representa el 26% de los datos de calibración. En estas condiciones sería poco probable tener un sobreajuste. El sobreajuste se presenta cuando el modelo se ajusta muy cercanamente a los puntos de los datos del conjunto de calibración. Aunque la predicción de un punto de calibración podría ser muy buena, la eficiencia de predicción de una nueva muestra no será el adecuado.



**Simbología**

	No.	Tratamiento	No.	Tratamiento	No.	Tratamiento
<b>CÁMARA DE SECADO</b>	1	T <sub>1</sub> -R <sub>1</sub> -CS	9	T <sub>3</sub> -R <sub>3</sub> -CS	17	T <sub>6</sub> -R <sub>2</sub> -CS
	2	T <sub>1</sub> -R <sub>2</sub> -CS	10	T <sub>4</sub> -R <sub>1</sub> -CS	18	T <sub>6</sub> -R <sub>3</sub> -CS
	3	T <sub>1</sub> -R <sub>3</sub> -CS	11	T <sub>4</sub> -R <sub>2</sub> -CS	19	T <sub>7</sub> -R <sub>1</sub> -CS
	4	T <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> -CS	12	T <sub>4</sub> -R <sub>3</sub> -CS	20	T <sub>7</sub> -R <sub>2</sub> -CS
	5	T <sub>2</sub> -R <sub>2</sub> -CS	13	T <sub>5</sub> -R <sub>1</sub> -CS	21	T <sub>7</sub> -R <sub>3</sub> -CS
	6	T <sub>2</sub> -R <sub>3</sub> -CS	14	T <sub>5</sub> -R <sub>2</sub> -CS	22	T <sub>8</sub> -R <sub>1</sub> -CS
	7	T <sub>3</sub> -R <sub>1</sub> -CS	15	T <sub>5</sub> -R <sub>3</sub> -CS	23	T <sub>8</sub> -R <sub>2</sub> -CS
	8	T <sub>3</sub> -R <sub>2</sub> -CS	16	T <sub>6</sub> -R <sub>1</sub> -CS	26	T <sub>8</sub> -R <sub>3</sub> -CS
<b>CICLÓN</b>	27	T <sub>1</sub> -R <sub>1</sub> -SC	35	T <sub>3</sub> -R <sub>3</sub> -SC	43	T <sub>6</sub> -R <sub>2</sub> -SC
	28	T <sub>1</sub> -R <sub>2</sub> -SC	36	T <sub>4</sub> -R <sub>1</sub> -SC	44	T <sub>6</sub> -R <sub>3</sub> -SC
	29	T <sub>1</sub> -R <sub>3</sub> -SC	37	T <sub>4</sub> -R <sub>2</sub> -SC	45	T <sub>7</sub> -R <sub>1</sub> -SC
	30	T <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> -SC	38	T <sub>4</sub> -R <sub>3</sub> -SC	46	T <sub>7</sub> -R <sub>2</sub> -SC
	31	T <sub>2</sub> -R <sub>2</sub> -SC	39	T <sub>5</sub> -R <sub>1</sub> -SC	47	T <sub>7</sub> -R <sub>3</sub> -SC
	32	T <sub>2</sub> -R <sub>3</sub> -SC	40	T <sub>5</sub> -R <sub>2</sub> -SC	48	T <sub>8</sub> -R <sub>1</sub> -SC
	33	T <sub>3</sub> -R <sub>1</sub> -SC	41	T <sub>5</sub> -R <sub>3</sub> -SC	49	T <sub>8</sub> -R <sub>2</sub> -SC
	34	T <sub>3</sub> -R <sub>2</sub> -SC	42	T <sub>6</sub> -R <sub>1</sub> -SC	50	T <sub>8</sub> -R <sub>3</sub> -SC

**Figura 21.** Correlación entre la concentración de fenoles totales predichos con el modelo de calibración y fenoles totales medidos. **T** es el tratamiento; **R** es la réplica del tratamiento; **CS** cámara de secado; **SC** separador ciclónico.



		Simbología					
		No.	Tratamiento	No.	Tratamiento	No.	Tratamiento
CÁMARA DE SECADO	1	T <sub>1</sub> -R <sub>1</sub> -CS	9	T <sub>3</sub> -R <sub>3</sub> -CS	17	T <sub>6</sub> -R <sub>2</sub> -CS	
	2	T <sub>1</sub> -R <sub>2</sub> -CS	10	T <sub>4</sub> -R <sub>1</sub> -CS	18	T <sub>6</sub> -R <sub>3</sub> -CS	
	3	T <sub>1</sub> -R <sub>3</sub> -CS	11	T <sub>4</sub> -R <sub>2</sub> -CS	19	T <sub>7</sub> -R <sub>1</sub> -CS	
	4	T <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> -CS	12	T <sub>4</sub> -R <sub>3</sub> -CS	20	T <sub>7</sub> -R <sub>2</sub> -CS	
	5	T <sub>2</sub> -R <sub>2</sub> -CS	13	T <sub>5</sub> -R <sub>1</sub> -CS	21	T <sub>7</sub> -R <sub>3</sub> -CS	
	6	T <sub>2</sub> -R <sub>3</sub> -CS	14	T <sub>5</sub> -R <sub>2</sub> -CS	22	T <sub>8</sub> -R <sub>1</sub> -CS	
	7	T <sub>3</sub> -R <sub>1</sub> -CS	15	T <sub>5</sub> -R <sub>3</sub> -CS	23	T <sub>8</sub> -R <sub>2</sub> -CS	
	8	T <sub>3</sub> -R <sub>2</sub> -CS	16	T <sub>6</sub> -R <sub>1</sub> -CS	26	T <sub>8</sub> -R <sub>3</sub> -CS	
CICLÓN	27	T <sub>1</sub> -R <sub>1</sub> -SC	35	T <sub>3</sub> -R <sub>3</sub> -SC	43	T <sub>6</sub> -R <sub>2</sub> -SC	
	28	T <sub>1</sub> -R <sub>2</sub> -SC	36	T <sub>4</sub> -R <sub>1</sub> -SC	44	T <sub>6</sub> -R <sub>3</sub> -SC	
	29	T <sub>1</sub> -R <sub>3</sub> -SC	37	T <sub>4</sub> -R <sub>2</sub> -SC	45	T <sub>7</sub> -R <sub>1</sub> -SC	
	30	T <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> -SC	38	T <sub>4</sub> -R <sub>3</sub> -SC	46	T <sub>7</sub> -R <sub>2</sub> -SC	
	31	T <sub>2</sub> -R <sub>2</sub> -SC	39	T <sub>5</sub> -R <sub>1</sub> -SC	47	T <sub>7</sub> -R <sub>3</sub> -SC	
	32	T <sub>2</sub> -R <sub>3</sub> -SC	40	T <sub>5</sub> -R <sub>2</sub> -SC	48	T <sub>8</sub> -R <sub>1</sub> -SC	
	33	T <sub>3</sub> -R <sub>1</sub> -SC	41	T <sub>5</sub> -R <sub>3</sub> -SC	49	T <sub>8</sub> -R <sub>2</sub> -SC	
	34	T <sub>3</sub> -R <sub>2</sub> -SC	42	T <sub>6</sub> -R <sub>1</sub> -SC	50	T <sub>8</sub> -R <sub>3</sub> -SC	

**Figura 22.** Correlación entre la concentración de fenoles totales predichos por validación cruzada y fenoles totales medidos. **T** es el tratamiento; **R** es la réplica del tratamiento; **CS** cámara de secado; **SC** separador ciclónico.

En la Tabla 17 y 18 se muestran los resultados de fenoles totales predichos mediante el modelo de calibración, así como el error residual entre los valores reales y los predichos por validación cruzada. Los datos 27 y 34 se eliminaron al realizar la calibración por predecir tener un valor de fenoles totales negativo. En estos datos se puede observar que la predicción de algunos datos es aceptable, sin embargo, algunos otros presentan una dispersión alta. Esta situación puede ser atribuida a la dispersión de origen que presentan las características de los polvos.

Finalmente, con un valor de  $R_{VC}^2$  de 0.64 que indica una baja correlación de los parámetros con el modelo de calibración desarrollado (Silva *et al.*, 2014), la metodología implementada puede utilizarse para obtener estimaciones aproximadas (Silva *et al.*, 2014) del contenido de fenoles totales en muestras futuras de polvos de jitomate secados por aspersión.

**7.9.2. Validación.** El proceso de validación externa se reemplazo por la validación interna que se realizó por validación cruzada durante la construcción del modelo de calibración, debido a que los datos disponibles se integraron todos al conjunto de calibración.

**Tabla 17.** Predicción de datos de fenoles totales a partir del proceso de validación cruzada para los datos del ciclón.

No.	Tratamiento	Y Medida	Y VC Predicha	Y VC Residual
27	T <sub>1</sub> -R <sub>1</sub> -SC	21.5	NaN	NaN
28	T <sub>1</sub> -R <sub>2</sub> -SC	25.5	12.8	-12.7
29	T <sub>1</sub> -R <sub>3</sub> -SC	19.3	19.4	0.2
30	T <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> -SC	40.1	34.2	-5.9
31	T <sub>2</sub> -R <sub>2</sub> -SC	42.4	36.0	-6.4
32	T <sub>2</sub> -R <sub>3</sub> -SC	35.9	43.1	7.2
33	T <sub>3</sub> -R <sub>1</sub> -SC	21.8	19.5	-2.2
34	T <sub>3</sub> -R <sub>2</sub> -SC	25.3	NaN	NaN
35	T <sub>3</sub> -R <sub>3</sub> -SC	16.2	22.1	6.0
36	T <sub>4</sub> -R <sub>1</sub> -SC	46.6	36.2	-10.4
37	T <sub>4</sub> -R <sub>2</sub> -SC	43.5	45.3	1.9
38	T <sub>4</sub> -R <sub>3</sub> -SC	44.1	44.6	0.5
39	T <sub>5</sub> -R <sub>1</sub> -SC	15.1	27.3	12.2
40	T <sub>5</sub> -R <sub>2</sub> -SC	15.1	11.2	-3.9
41	T <sub>5</sub> -R <sub>3</sub> -SC	16.6	10.6	-6.0
42	T <sub>6</sub> -R <sub>1</sub> -SC	46.2	49.7	3.5
43	T <sub>6</sub> -R <sub>2</sub> -SC	39.6	40.6	1.0
44	T <sub>6</sub> -R <sub>3</sub> -SC	43.6	37.9	-5.7
45	T <sub>7</sub> -R <sub>1</sub> -SC	17.1	27.8	10.7
46	T <sub>7</sub> -R <sub>2</sub> -SC	17.3	35.1	17.7
47	T <sub>7</sub> -R <sub>3</sub> -SC	18.7	23.3	4.7
48	T <sub>8</sub> -R <sub>1</sub> -SC	55.6	42.8	-12.8
49	T <sub>8</sub> -R <sub>2</sub> -SC	56.3	46.7	-9.5
50	T <sub>8</sub> -R <sub>3</sub> -SC	44.7	43.1	-1.6

**Nota.** T es el tratamiento; R es la réplica del tratamiento; CS cámara de secado; SC separador ciclónico; NaN No es un número.  $Y_{VC\ residual} = Y_{Medida} - Y_{VC\ Predicha}$

**Tabla 18.** Predicción de datos de fenoles totales a partir del proceso de validación cruzada para los datos de la cámara de secado.

No.	Tratamiento	Y <sub>Medida</sub>	Y <sub>VC</sub> Predicha	Y <sub>VC</sub> Residual
1	T <sub>1</sub> -R <sub>1</sub> -CS	41.3	45.7	4.5
2	T <sub>1</sub> -R <sub>2</sub> -CS	52.9	61.7	8.8
3	T <sub>1</sub> -R <sub>3</sub> -CS	45.6	11.3	-34.3
4	T <sub>2</sub> -R <sub>1</sub> -CS	44.9	44.1	-0.8
5	T <sub>2</sub> -R <sub>2</sub> -CS	54.6	57.3	2.6
6	T <sub>2</sub> -R <sub>3</sub> -CS	60.2	55.4	-4.8
7	T <sub>3</sub> -R <sub>1</sub> -CS	49.2	43.7	-5.5
8	T <sub>3</sub> -R <sub>2</sub> -CS	57.8	51.1	-6.8
9	T <sub>3</sub> -R <sub>3</sub> -CS	22.3	25.4	3.2
10	T <sub>4</sub> -R <sub>1</sub> -CS	49.0	57.8	8.7
11	T <sub>4</sub> -R <sub>2</sub> -CS	51.3	69.3	18.0
12	T <sub>4</sub> -R <sub>3</sub> -CS	60.4	75.7	15.3
13	T <sub>5</sub> -R <sub>1</sub> -CS	38.9	30.6	-8.3
14	T <sub>5</sub> -R <sub>2</sub> -CS	23.1	35.4	12.3
15	T <sub>5</sub> -R <sub>3</sub> -CS	33.1	18.4	-14.7
16	T <sub>6</sub> -R <sub>1</sub> -CS	65.9	69.6	3.7
17	T <sub>6</sub> -R <sub>2</sub> -CS	50.4	62.4	12.0
18	T <sub>6</sub> -R <sub>3</sub> -CS	57.8	50.1	-7.7
19	T <sub>7</sub> -R <sub>1</sub> -CS	31.7	40.1	8.4
20	T <sub>7</sub> -R <sub>2</sub> -CS	24.0	34.2	10.2
21	T <sub>7</sub> -R <sub>3</sub> -CS	33.6	50.4	16.8
22	T <sub>8</sub> -R <sub>1</sub> -CS	68.2	52.5	-15.8
23	T <sub>8</sub> -R <sub>2</sub> -CS	79.8	73.3	-6.4
26	T <sub>8</sub> -R <sub>3</sub> -CS	49.6	37.2	-12.4

**Nota.** T es el tratamiento; R es la réplica del tratamiento; CS cámara de secado; SC separador ciclónico; NaN No es un número.  $Y_{VC\ residual} = Y_{Medida} - Y_{VC\ Predicha}$



## 8. CONCLUSIONES

---

La reconfiguración del sistema de secado por aspersión permitió el uso rutinario bajo condiciones de operación normalmente requeridas para el secado de productos alimenticios en tiempos reducidos.

El procedimiento aplicado en la obtención de un extracto antioxidante rico en fenoles totales a partir de semilla de mango de la variedad *Tommy Atkins* permitió mejorar el rendimiento obtenido con respecto a lo reportado en la literatura.

La obtención de los polvos de jitomate a partir del secado por aspersión permitió evaluar el efecto de los coadyuvantes y el extracto de semilla de mango en la retención de color y de compuestos fenólicos.

La adición de maltodextrina en una proporción 2 : 1 (maltodextrina : sólidos de jitomate), suero lácteo en una concentración de 10% (con respecto a los sólidos del jitomate) y un extracto de semilla de mango rico en fenoles totales en una proporción de 2 mL/250 g jugo ejerce un efecto positivo en la retención de los fenoles totales del jitomate durante el secado por aspersión. El contenido de fenoles totales casi se triplica con respecto a la formulación de jitomate con maltodextrina en una proporción 1 : 1 (maltodextrina : sólidos de jitomate). El efecto principal lo ejerce la maltodextrina y el extracto de semilla de mango.

El color del jitomate representado por los valores del parámetro  $a^*$  indican que el color rojo se ve reducido a concentraciones mayores de maltodextrina, suero lácteo y extracto de semilla de mango, lo que se atribuye principalmente a un efecto de dilución del color por la presencia de los coadyuvantes y el extracto de semilla de mango. Sin embargo, se confirma el efecto protector que ejercen estos componentes sobre el contenido de fenoles totales.

El desarrollo de un modelo de calibración mediante análisis multivariable acoplado a espectroscopía FTIR-ATR no logró predecir de manera óptima la variabilidad del contenido de los fenoles totales frente a las distintas formulaciones del jugo de jitomate secadas por aspersión. Los resultados podrían ser útiles para proporcionar una estimación del contenido de fenoles totales en los polvos de jitomates. Sin embargo, investigación adicional se requiere para desarrollar un modelo más confiable para los propósitos de predicción que se plantearon en este proyecto. La posibilidad de simplificar la determinación de los fenoles totales así como la reducción de las cantidades de los reactivos utilizados y los costos de la determinación justifican la búsqueda de aplicaciones para el análisis multivariable.

## 9. PERSPECTIVAS

---

En relación al control y la seguridad del proceso de secado por aspersión, es importante construir un panel de control. Esto con la finalidad de concentrar los dispositivos de apagado-encendido de las unidades de servicio para el secador. Estos dispositivos son el calentador y precalentador de aire secante, la bomba peristáltica, la parrilla eléctrica de calentamiento y el secador de aire por refrigeración. El panel también deberá contener los monitores de información y programación del estado de las condiciones del proceso de secado.

El secador por aspersión requiere de una corriente de aire secante con flujos mayores a 200 L/min para mejorar el secado y la eficiencia en la separación de polvos en el ciclón. También es necesario incorporar un ciclón adicional para incrementar la retención de sólidos y una cámara de secado de mayor diámetro para reducir la adhesión de polvos a la pared de la cámara.

Respecto a la composición de los polvos es importante llevar a cabo la cuantificación de otros compuestos bioactivos presentes en los polvos de jitomate, como el licopeno y el ácido ascórbico, así como la construcción de modelos quimiométricos mediante análisis multivariable y espectroscopía FTIR-ATR para la predicción del contenido de estos compuestos bioactivos que ayuden a reducir el tiempo, costo y contaminación ambiental.

Las características físicas de los polvos obtenidos durante el secado por aspersión se deberán evaluar a partir de su microestructura. Para lograr esto, se propone realizar estudios de microscopía electrónica de barrido.

## 10. BIBLIOGRAFÍA

---

- Abdalla, A. E., Darwish, S. M., Ayad, E. H., El-Hamahmy, R. M. (2007). Egyptian mango by-product 2: Antioxidant and antimicrobial activities of extract and oil from mango seed kernel. *Food Chemistry*, 103(4), 1141-1152.
- Acevedo, N., Schebor, C., Buera, M. P. (2006). Water–solids interactions, matrix structural properties and the rate of non-enzymatic browning. *Journal of Food Engineering*, 77(4), 1108-1115.
- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B. R., Langrish, T. A. G. (2009). Effect of addition of proteins on the production of amorphous sucrose powder through spray drying. *Journal of Food Engineering*, 94(2), 144-153.
- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B. R., Troung, V. (2004). Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: experiments and modelling. *Journal of Food Engineering*, 62(1), 53-68.
- Aguilar, J. G. D., Borin, A., Poppi, R. J. (2010). Determination of viscosity and solids in pressure-sensitive adhesives by FTIR-ATR and multivariate calibration. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 21(3), 436-440.
- Alciaturi, C., Escobar, M., De La Cruz, C., Rincón, C. (2003). Partial least squares (PLS) regression and its application to coal analysis. *Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería. Universidad del Zulia*, 26(3), 197-204.
- Anttonen, M. J., Karjalainen, R. O. (2005). Environmental and genetic variation of phenolic compounds in red raspberry. *Journal of Food Composition and Analysis*, 18(8), 759-769.
- Araujo-Andrade, C., Campos-Cantón, I., Martínez, J. R., Ortega-Zarzosa, G., Ruiz, F. (2005). Modelo de predicción basado en análisis multivariante para la determinación de concentración de azúcar en solución. *Revista Mexicana de Física*, 51(En2), 67-73.
- Barnes, R.J. Dhanoa, M.S. Lister, S.J. (1989). Standard normal variate transformation and detrending of near-infrared diffuse reflectance spectra. *Applied Spectroscopy*, 43(5), 772-777.
- Barreto, J. C., Trevisan, M. T. S., Hull, W. E., Erben, G., Brito, E. S., Pfundstein, B., Würtele, G., Spiegelhalter, B., Owen, R. W. (2008). Characterization and quantitation of polyphenolic compounds in bark, kerne, leaves and peel of mango (*Mangifera indica* L.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56, 5599–5610.

- Baydar, N. G., Özkan, G., Yaşar, S. (2007). Evaluation of the antiradical and antioxidant potential of grape extracts. *Food control*, 18(9), 1131-1136.
- Beebe, K. R., Pell, R. J., Seasholtz, M. B. (1998). *Chemometrics: a practical guide*. Wiley-Interscience, New York, USA.
- Bhandari, B.R., Howes, T. (1999). Implication of glass transition for the drying and stability of dried foods. *Journal of Food Engineering*, 40(1), 71-79.
- Blanco, M., Villarroya, I. (2002). NIR spectroscopy: a rapid-response analytical tool. *Trends in Analytical Chemistry*, 21(4), 240-250.
- Bokobza, L. (1998). Near infrared spectroscopy. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 6, 3-17.
- Bravo, L. (1998). Polyphenols: chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. *Nutrition Reviews*, 56(11), 317-333.
- Brennan J. G., Butters J. R., Cowell N.D. (1998). *Las operaciones de la ingeniería de los alimentos*. Ed. Acribia, S.A., España.
- Brereton, R. G. (2003). *Chemometrics: data analysis for the laboratory and chemical plant*. John Wiley & Sons.
- Candelas-Cadillo, M. G., Alanís-Guzmán, M. G. J., Bautista-Justo, M., Del Río-Olague, F., García-Díaz, C. (2005). Contenido de licopeno en jugo de tomate secado por aspersión. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 4(3), 299-307.
- Cascant, M. M., Garrigues, S., de la Guardia, M. (2015). Direct determination of major components in human diets and baby foods. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 407(7), 1961-1972.
- Centner, V., Massart, D.L., deNoord, O.E., Jong, S., Vandeginste, B.M., Sterna, C. (1996). Elimination of uninformative variables for multivariate calibration. *Analytical Chemistry*, 68 (21), 3851-3858.
- Chang, C.H., Lin, H.Y., Chang, C.Y., Liu, Y.C. (2006). Comparisons on the antioxidant properties of fresh, freeze-dried and hot air-dried tomatoes. *Journal of Food Engineering*, 77, 478-485.
- Charles, D. J. (2012). Natural antioxidants. In *Antioxidant Properties of Spices, Herbs and Other Sources*. Springer New York.
- Checa-Peralta, J. O. (2013). Construcción de un secador por aspersión a escala laboratorio y su evaluación con jugo de jitomate (Tesis de Licenciatura). Universidad Tecnológica de la Mixteca, Oaxaca, México.

- Chegini, G.R., Ghobadia, B. (2005). Effect of spray-drying conditions on physical properties of orange juice powder. *Drying Technology*, 23(3), 657-668.
- Chun, O. K., Kim, D. O., Smith, N., Schroeder, D., Han, J. K., Lee, C. Y. (2005). Daily consumption of phenolics and total antioxidant capacity from fruit and vegetables in the American diet. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85(10), 1715-1724.
- Claude, J., Ubbink, J. (2006). Thermal degradation of carbohydrate polymers in amorphous states: A physical study including colorimetry. *Food Chemistry*, 96(3), 402-410.
- Cook, E. M., DuMont, H. D. (1991). *Process drying practice*. McGraw-Hill Publishing Co., New York.
- Cortés, M., Chiralt, A. (2008). Cinética de los cambios de color en manzana deshidratada por aire fortificada con vitamina E. *Vitae*, 15(1), 8-16.
- Cuadras, C.M. (2007). Nuevos métodos de análisis multivariante. CMC Editions. Barcelona, España.
- Domínguez-Martínez, I., Meza-Márquez, O. G., Osorio-Revilla, G., Proal-Nájera, J., Gallardo-Velázquez, T. (2014). Determination of capsaicin, ascorbic acid, total phenolic compounds and antioxidant activity of *Capsicum annuum L.* var. serrano by mid infrared spectroscopy (Mid-FTIR) and chemometric analysis. *Journal of the Korean Society for Applied Biological Chemistry*, 57(1), 133-142.
- Dorta, E., Lobo, M. G., González, M. (2012). Using drying treatments to stabilise mango peel and seed: Effect on antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 45(2), 261-268.
- Engels, C., Knödler, M., Zhao, Y., Carle, R., Gänzle, M. G., Schieber, A. (2009). Antimicrobial activity of gallotannins isolated from mango (*Mangifera indica L.*) kernels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(17), 7712-7718.
- Falowo, A. B., Fayemi, P. O., Muchenje, V. (2014). Natural antioxidants against lipid-protein oxidative deterioration in meat and meat products: A review. *Food Research International*, 64, 171-181.
- FAOSTAT (2014). Estadística de datos agrícolas. [Consultado 2017 Abril 06]. Disponible en <http://faostat3.fao.org/browse/Q/QC/S>.
- Fellows, P. (2009). *Food processing technology: principles and practice*. 3rd ed. Woodhead Publishing Ltd., Cambridge, UK.
- Forina, M., Lanteri, S., Armanino, C. (1987). Chemometrics in food chemistry. *Chemometrics and species identification*, 91-143.

- García-Salas, P., Morales-Soto, A., Segura-Carretero, A., Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Phenolic-compound-extraction systems for fruit and vegetable samples. *Molecules* 15,8813–8826.
- Garg, N., Prakash, O. (2006). Biodegradation of mango kernel by *Syncephalastrum racemosum* and its biological control. *Biocontrol*, 51(3), 353-361.
- Gautier, H., Diakou-Verdin, V., Benard, C., Reich, M., Buret, M., Bourgaud, F., Poessel, J.L., Caris-Veyrat, C., Genard, M. (2008). How does tomato quality (sugar, acid, and nutritional quality) vary with ripening stage, temperature, and irradiance?. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56,1241–1250.
- Geankoplis, C. J. (1999). *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. Grupo Patria Cultural, México.
- Geladi, P.; Kowalski, B. R. (1988). Partial least-squares regression: a tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 185, 1-17.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G., Kazakis, N.A. (2004a). Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. *Drying Technology*, 22(5), 1129-1151.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2004b). Spray drying of tomato pulp: effect of feed concentration. *Drying Technology*, 22(10), 2309-2330.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2005a). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. *Journal of Food Engineering*, 66(1), 25-34.
- Goula, A. M., Adamopoulos, K. G. (2005b). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. *Journal of Food Engineering*, 66(1), 35-42.
- Griffiths, P. R., De Haseth, J. A. (2007). *Fourier transform infrared spectroscopy*. 2da. edición. John Wiley & Sons, New York.
- Gülçin, İ., Oktay, M., Kıręcı, E., Küfreviođlu, Ö. İ. (2003). Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum* L.) seed extracts. *Food Chemistry*, 83(3), 371-382.
- Haminiuk, C. W., Maciel, G. M., Plata-Oviedo, M. S., Peralta, R. M. (2012). Phenolic compounds in fruits—an overview. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(10), 2023-2044.
- Haaland, D.M., Thomas, E.V., 1988. Partial least-squares methods for spectral analyses: 1. Relation to other quantitative calibration methods and the extraction of qualitative information. *Analytical Chemistry* 60, 1193 – 1202.

- Ivanova, D. G., Singh, B. R. (2003). Nondestructive FTIR monitoring of leaf senescence and elicitin-induced changes in plant leaves. *Biopolymers*, 72(2), 79-85.
- Jiménez, J. A., Gutiérrez, C. D. C., Barbosa, J. G., Moreno, L. A. (2008). Patrones de Flujo en un sistema de separación ciclónico. *Información Tecnológica*, 19(1), 29-36.
- Jiménez-Durán, A. (2015). Deshidratado de rebanadas de mango *Tommy Atkins* utilizando extractos de sus semillas y metabisulfito de sodio como pretratamientos (Tesis de Maestría): Universidad Tecnológica de la Mixteca, Oaxaca, México.
- Karre, L., Lopez, K., Getty, K. J. (2013). Natural antioxidants in meat and poultry products. *Meat Science*, 94(2), 220-227.
- Kaur, C., Kapoor, H.C. (2001). Antioxidants in fruits and vegetables – the millennium’s health. *International Journal of Food Science and Technology*, 36, 703–725.
- Kittiphoom, S., Sutasinee, S. (2013). Mango seed kernel oil its physicochemical properties. *International Food Research Journal*, 20, 1145-1149.
- Krishnaiah, D., Sarbatly R., Nithyanandam, R. (2011). A review of the antioxidant potential of medicinal plant species. *Food and Bioproducts Processing*, 89, 217-233.
- Kyrleou, M., Pappas, C., Voskidi, E., Kotseridis, Y., Basalekou, M., Tarantilis, P. A., Kallithraka, S. (2015). Diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy for simultaneous quantification of total phenolics and condensed tannins contained in grape seeds. *Industrial Crops and Products*, 74, 784-791.
- Lasheras, C., Fernandez, S., Patterson, A.M., (2000). Mediterranean diet and age with respect to overall survival in institutionalized, nonsmoking elderly people. *American Journal of Clinical Nutrition*, 71, 987–992.
- López M, Beatriz E, Carvajal De P, Luz M, Millán C, Leónidas De J. (2009). Establishing of the conditions of the blend of pulp with banana (*Musa Paradisiaca* L.) to submit spray dryng. *Vitae*, 16(3), 287-296.
- Luo, W., Zhao, M., Yang, B., Ren, J., Shen, G., Rao, G. (2011). Antioxidant and antiproliferative capacities of phenolics purified from *Phyllanthus emblica* L. fruit. *Food Chemistry*, 126, 277–282.
- Luykx, D. M. A. M., Van Ruth, S. M. (2008). An overview of analytical methods for determining the geographical origin of food products. *Food Chemistry*, 107, 897–911.
- Maisuthisakul P. (2008). Antiradical scavenging activity and polyphenolic compounds extracted from Thai mango seed kernels. *Asian Journal of Food and Agro-Industry*. 02, 87-96.



- Maisuthisakul, P., Gordon, M. H. (2009). Antioxidant and tyrosinase inhibitory activity of mango seed kernel by product. *Food Chemistry*, 117(2), 332-341.
- Martínez-Valverde, I., Periago, M. J., Provan, G., Chesson, A. (2002). Phenolic compounds, lycopene and antioxidant activity in commercial varieties of tomato (*Lycopersicon esculentum*). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 82(3), 323-330.
- Meza-Márquez, O.G., Gallardo-Velázquez, T., Osorio-Revilla, G., Dorantes-Alvarez, L. (2012). Detection of clenbuterol in beef meat, liver and kidney by mid-infrared spectroscopy (FT-Mid IR) and multivariable analysis. *International Journal of Food Science and Technology*, 47, 2342-2351.
- Murray, I., Williams, P. C. (1987). *Chemical principles of near-infrared*. In *Near Infrared Technology in the Agricultural and Food Industries* (P. Williams and K. Norris, Eds.). American Association of Cereal Chemists, St. Paul, Minnesota, USA.
- Murugesan, R., Orsat, V. (2011). Spray drying of elderberry (*Sambucus nigra* L.) juice to maintain its phenolic content. *Drying Technology*, 29(14), 1729-1740.
- Naczki, M., Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A*, 1054(1), 95-111.
- Nath, S., Satpathy, G.R. (1998). A systematic approach for investigation of spray drying processes. *Drying Technology*, 16 (6), 1173–1193.
- Peltre, C., Bruun, S., Du, C., Thomsen, I.K., Jensen, L.S. (2014). Assessing soil constituents and labile soil organic carbon by mid-infrared photoacoustic spectroscopy. *Soil Biology and Biochemistry*, 77, 41-50.
- Re, R., Bramley, P.M., Rice, Evans C. (2002). Effects of food processing of flavonoids and lycopene status in Mediterranean tomato variety. *Free Radical Research*, 36(7), 803-810.
- Ribeiro, J.S., Garrigues, S., de la Guardia, M. (2001). FTIR tentative characterization of humic acids extracted from organic materials. *Spectroscopy Letters*, 34, 179-190.
- Ribeiro, S. M. R., Barbosa, L. C. A., Queiroz, J. H., Knödler, M., Schieber, A. (2008). Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangifera indica* L.) varieties. *Food Chemistry*, 110(3), 620-626.
- Roos, Y., Karel, M. (1991a). Plasticizing effect of water on thermal behavior and crystallization of amorphous food models. *Journal of Food Science*, 56(1), 38-43.
- Rossel, R. V., Walvoort, D. J. J., McBratney, A. B., Janik, L. J., Skjemstad, J. O. (2006). Visible, near infrared, mid-infrared or combined diffuse reflectance spectroscopy for simultaneous assessment of various soil properties. *Geoderma*, 131(1), 59-75.

- Roustapour, O. R., Hosseinalipour, M., Ghobadian, B. (2006). An experimental investigation of lime juice drying in a pilot plant spray dryer. *Drying Technology*, 24(2), 181-188.
- Santos-Sánchez N. F., Valadez-Blanco R., Gómez-Gómez M. S., Pérez-Herrera A., Salas-Coronado R. (2012). Effect of rotating tray drying on antioxidant components, color and rehydration ratio of tomato saladette slices. *LTW-Food Science and Technology*, 46, 298-304.
- Savitsky, A., Golay, J. E. (1964). Smoothing and differentiation of data by simplified least squares procedures. *Analytical Chemistry*, 36(8), 1627-1639.
- Schwartzbach, C., Masters, K. (2001). Performance of spray dryer with integrated filter and fluid bed. *Drying Technology*, 19(8), 1909-1923.
- Seasholtz, M. B., Archibald, D. D., Lorber, A., Kowalski, B. R. (1989). Quantitative analysis of liquid fuel mixtures with the use of Fourier transform near-IR Raman spectroscopy. *Applied Spectroscopy*, 43(6), 1067-1072.
- Sepúlveda-Jiménez, G., Porta-Ducoing, H., Rocha-Sosa, M. (2003). La participación de los metabolitos secundarios en la defensa de las plantas. *Revista Mexicana de Fitopatología*, 21(3), 355-362.
- Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera (SIAP) 2013 [Consultado 2015 Marzo 5]. Disponible en: <http://www.campomexicano.gob.mx/boletinsiap/018-e.html>
- Shenk, J. S., Westerhaus, M. O. (1996). Calibration the ISI way. In A. M. C. Davies & P. Williams (Eds.), *Near Infrared Spectroscopy: The future waves*. Chichester, UK: NIR Publications.
- Shi, J., Le Maguer, M., Kakuda, Y., Liptay, A., Niekamp, F. (1999). Lycopene degradation and isomerization in tomato dehydration. *Food Research International*, 32(1), 15-21.
- Silva, S. D., Feliciano, R. P., Boas, L. V., Bronze, M. R. (2014). Application of FTIR-ATR to Moscatel dessert wines for prediction of total phenolic and flavonoid contents and antioxidant capacity. *Food Chemistry*, 150, 489-493.
- Slimestad, R., Verheul, M. (2009). Review of flavonoids and other phenolics from fruits of different tomato (*Lycopersicon esculentum* Mill.) cultivars. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 89(8), 1255-1270.
- Sogi S. D., Siddiq M., Greiby I., Dolan D. K. (2013). Total phenolics, antioxidant activity, and functional properties of 'Tommy Atkins' mango peel and kernel as affected by drying methods. *Food Chemistry*, 141(3), 2649-2655.
- Soong, Y. Y., Barlow, P. J. (2004). Antioxidant activity and phenolic content of selected fruit seeds. *Food Chemistry*, 88(3), 411-417.

- Soong, Y. Y., Barlow, P. J. (2006). Quantification of gallic acid and ellagic acid from longan (*Dimocarpus longan* Lour.) seed and mango (*Mangifera indica* L.) kernel and their effects on antioxidant activity. *Food Chemistry*, 97(3), 524-530.
- Soriano, A., Pérez-Juan, P.M., Vicario, A., González, J.M., Pérez-Coello, M.S. (2007). Determination of anthocyanins in red wine using a newly developed method based on Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Food Chemistry*, 104,1295-1303.
- Stuart, B. (2004). *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications*. JohnWiley & Sons, Ltd., Chichester, UK.
- Suárez, M. H., Rodríguez, E. R., Romero, C. D. (2008). Chemical composition of tomato (*Lycopersicon esculentum*) from Tenerife, the Canary Islands. *Food Chemistry*, 106(3), 1046-1056.
- Sun, D. W. (Ed.). (2009). *Infrared spectroscopy for food quality analysis and control*. Academic Press, London, UK.
- Teniza-García, O., Solis-Oba, M., Delgado-Macuil, R., Rojas-López, M. (Octubre de 2008). espectroscopía infrarroja con reflectancia total atenuada aplicada a la determinación y cuantificación de lactosa y proteínas en productos lácteos. En Ramos-Gómez, F. (Presidencia), XXI Reunión Anual de Óptica. Zacatecas, México.
- Tewari, J., Irudayaraj, J. (2004). Quantification of saccharides in multiple floral honeys using fourier transform infrared microattenuated total reflectance spectroscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(11), 3237-3243.
- Tobias, R. D. (1995, April). An introduction to partial least squares regression. In *Proceedings of the twentieth annual SAS users group international conference*. SAS Institute, Cary, NC.
- Tomás-Barberán, F. A., Espin, J. C. (2001). Phenolic compounds and related enzymes as determinants of quality in fruits and vegetables. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(9), 853-876.
- Torres, C.A., Andrews, P.K., Davies, N.M. (2006). Physiological and biochemical responses of fruit exocarp of tomato (*Lycopersicon esculentum* Mill.) mutants to natural photo-oxidative conditions. *Journal of Experimental Botany*, 57(9), 1933–1947.
- United States Department of Agriculture (USDA) 1991 [Consultado 2016 Enero 27]. Disponible en: [http://postharvest.ucdavis.edu/Hortalizas/Tomate\\_\\_Jitomate/](http://postharvest.ucdavis.edu/Hortalizas/Tomate__Jitomate/)
- Venir, E., Munari, M., Tonizzo, A., Maltini, E. (2007). Structure related changes during moistening of freeze dried apple tissue. *Journal of Food Engineering*, 81(1), 27-32.

- Vinha, A. F., Barreira, S. V., Castro, A., Costa, A., Oliveira, M. B. P. (2013). Influence of the storage conditions on the physicochemical properties, antioxidant activity and microbial flora of different tomato (*Lycopersicon esculentum* L.) cultivars. *Journal of Agricultural Science*, 5(2), 118-128.
- Vinha, A. F., Soares, M. O., Castro, A., Santos, A., Oliveira, M. B. P., Machado, M. (2012). Phytochemical characterization and radical scavenging activity of aqueous extracts of medicinal plants from Portugal. *European Journal of Medicinal Plants*, 2(4), 335-347.
- Wise, B. M., Gallagher, N. B., Bro, R., Shaver, J. M., Windig, W., Koch, R. S. (2006). Chemometrics tutorial for *PLS\_Toolbox* and *Solo*. *Eigenvektor Research, Inc.* Wenatchee, WA, USA.
- Xu, Q. S., y Liang, Y. Z. (2001). Monte Carlo cross validation. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 56(1), 1-11.
- Young, S. L., Sarda, X., Rosenberg, M. (1993). Microencapsulating properties of whey proteins. 1. Microencapsulation of anhydrous milk fat. *Journal of Dairy Science*, 76(10), 2868-2877.
- Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., Mousavi, S. M. (2011). Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica granatum* L.). *Journal of Food Science and Technology*, 48(6), 677-684.

## 11. APÉNDICES

---

**Apéndice 11.1.** Carta de color<sup>1</sup> para las diferentes etapas de maduración del jitomate (USDA, 1997).



**VERDE.** Significa que el color de la superficie del jitomate es completamente verde. El tono verde puede variar de claro a oscuro.



**QUEBRADO (ROMPIENTE).** Significa que hay un cambio de color de verde a amarillo tenue, rosa o rojo, en no más del 10% de la superficie.



**CAMBIANTE (TRANSICIÓN).** Significa que más del 10% pero no más del 30% de la superficie total, muestra un cambio definitivo en color de verde a amarillo tenue, rosa o rojo o una combinación de éstos.



**ROSA.** Significa que más del 30%, pero no más del 60% del total de la superficie muestra un color rosa o rojo.



**ROJO CLARO (NARANJA).** Significa que más del 60%, pero no menos del 90% de la superficie del jitomate, muestra un color rosa o rojo.



**ROJO.** Significa que el jitomate es rojo en más del 90% del total de su superficie.

---

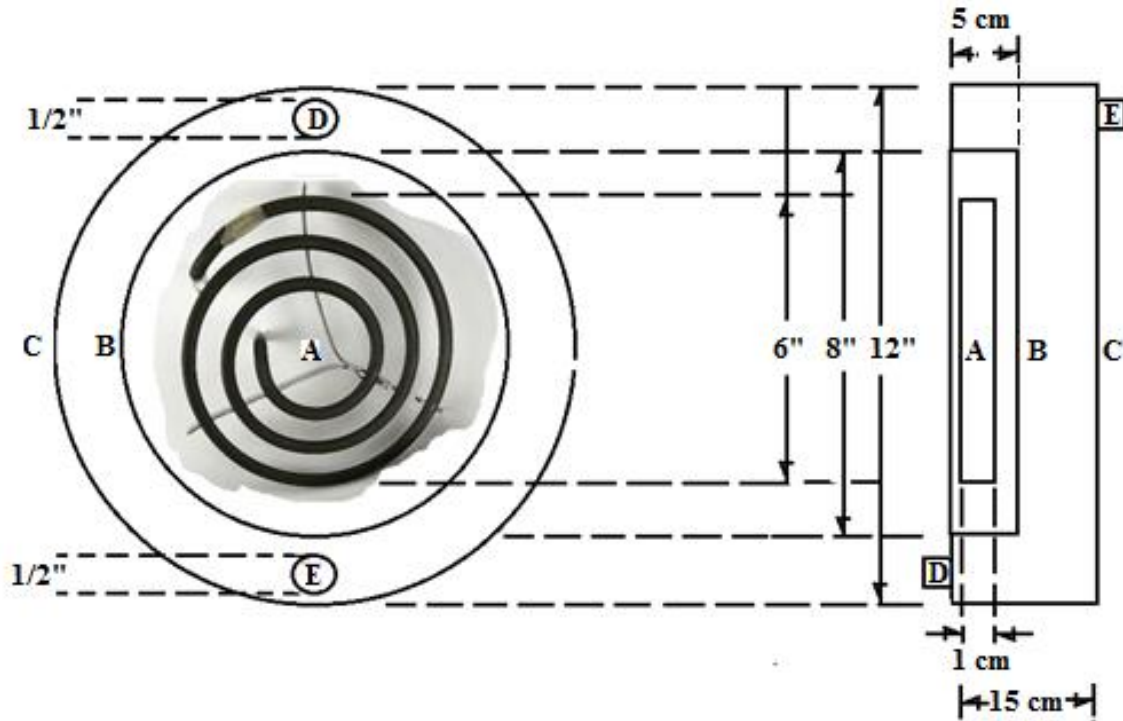
<sup>1</sup>Tomado de UC Davis Postharvest Technology en: <http://postharvest.ucdavis.edu/pfvegetable/ TomatoPhotos/?repository=30014&a=83755>. Visitada el 27 de enero de 2016.

**Apéndice 11.2.** Experimentos de un diseño factorial con tres factores, dos niveles y dos réplicas.

		<b>TRATAMIENTO</b>		
		<b>R<sub>1</sub></b>	<b>R<sub>2</sub></b>	
	ES <sub>0</sub>	⇒	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>2</sub>	⇒	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>0</sub>	⇒	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>2</sub>	⇒	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>0</sub>	⇒	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>2</sub>	⇒	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>0</sub>	⇒	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>
	ES <sub>2</sub>	⇒	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>

**Nota.** Los factores están representados por Maltodextrina (MD<sub>1</sub> y MD<sub>2</sub>), Suero Lácteo (SL<sub>0</sub>, SL<sub>10</sub>) y Extracto de Semilla de Mango (ES<sub>0</sub>, ES<sub>2</sub>).

**Apéndice 11.3.** Diseño del pre-calentador de aire secante.



- A Resistencia eléctrica de 850 W
- B Cubierta protectora para resistencia
- C Coraza
- D Entrada de aire frío (tubo de 1/2")
- E Salida de aire caliente (tubo de 1/2")

**Apéndice 11.4.** Datos Técnicos del secador de aire por refrigeración.

---

Marca	<i>SMC</i>
Modelo	IFD-3D
No de Serie:	1W=0113
Capacidad	350 lts /min. (12.36 pie <sup>3</sup> /min)
Presión de operación	0.7 MPa (102 psig)
Temperatura de entrada:	5-50 °C
Requerimiento Elec	110V/1F/60hz
Refrigerante	R134a
Conexión:	3/8"
Punto de rocío	10 °C
	A 100 Psig, 95°F, 100% HR. Condiciones de Entrada y 30° F temperatura ambiente.
Dimensiones aprox.	Largo ancho x alt.23x 36x 47 cms.
Peso aprox.	18 Kg.

---



## Apéndice 11.5. Supuesto de normalidad mediante la Prueba de *D'Agostino*.

### Prueba de hipótesis

$H_0$ : Los datos tienen distribución normal

$H_1$ : No es  $H_0$

### Estadístico de prueba

$$DA = \frac{\sum_{i=1}^n (i - \frac{n+1}{2}) X_i^*}{n^2 \sigma_n}$$

Donde:

$X_i$ : indica el dato que apareció en el lugar  $i$  en la muestra.

$X_i^*$ : son los datos ordenados en la muestra

$n$ : indica la cantidad de datos de la muestra

$\sigma_n$ : se calcula de la siguiente manera:

$$\sigma_n = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_n)^2}{n}}$$

### Prueba de desición:

Para decidir entre  $H_0$  o  $H_1$  se procede a consultar la Tabla de *D'Agostino* con el valor de  $n$  (número de muestras).

Se busca un intervalo  $(D_{n,\alpha}, D^{n,\alpha})$  para un número de observaciones  $n$  y un nivel de significancia  $\alpha$  en la tabla de distribución del estadístico de *D'Agostino* de modo que si  $DA \notin (D_{n,\alpha}, D^{n,\alpha})$  se rechaza la normalidad y en el caso contrario se acepta.

**Apéndice 11.6.** Resultados de la prueba de sesgamiento de *D'Agostino* (a) y de homocedasticidad de *Levene* de las varianzas (b) para los polvos de la cámara de secado y del ciclón para la normalidad de los datos.

A) Resultados de la prueba de sesgamiento de *D'Agostino* para los polvos de la cámara de secado y del ciclón para la normalidad de los datos.

Parámetro	Cámara de secado			Ciclón		
	<i>L*</i>	<i>a*</i>	<i>b*</i>	<i>L*</i>	<i>a*</i>	<i>b*</i>
Estadístico	1.2889	0.3584	0.6474	0.07645	0.20007	1.02203
Nivel <i>p</i>	0.1974	0.72	0.5174	0.93906	0.84142	0.30677
Conclusión: (5%)	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal	Normal

B) Resultados de la prueba de homocedasticidad de *Levene* de las varianzas para los polvos de la cámara de secado y del ciclón.

Parámetro	Cámara de secado			Ciclón		
	<i>L*</i>	<i>a*</i>	<i>b*</i>	<i>L*</i>	<i>a*</i>	<i>b*</i>
Estadístico	0.89	0.74	0.66	0.49	0.64	0.52
Nivel <i>p</i>	0.613	0.783	0.86	0.968	0.876	0.953
Conclusión: (5%)	<i>Homogéneas</i>			<i>Homogéneas</i>		

**Apéndice 11.7.** Análisis de varianza de los valores de  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  para los polvos obtenidos en el ciclón.

**a) ANOVA de tres factores para  $L^*$  de los polvos del ciclón**

Fuente	GL	SC	MC	F	Valor $p$	$\omega^2$
Maltodextrina	1	44.204	44.204	44.41	0.000	0.321
Suero lácteo	1	0.766	0.766	0.77	0.389	0.000
Extracto de mango	1	47.507	47.507	47.72	0.000	0.345
Maltodextrina * suero lácteo	1	8.978	8.978	9.02	0.006	0.059
Maltodextrina * extracto	1	7.154	7.154	7.19	0.013	0.046
Suero lácteo * extracto	1	1.276	1.276	1.28	0.269	0.002
Maltodextrina * suero lácteo * extracto	1	0.037	0.037	0.04	0.848	0.000
Error	16	23.891	0.995			
Total	23	133.812				
$\omega^2$ para efecto combinado						0.773

**b) ANOVA de tres factores para  $a^*$  de los polvos del ciclón**

Fuente	GL	SC	MC	F	Valor $p$	$\omega^2$
Maltodextrina	1	6.3279	6.3279	14.65	0.001	0.080
Suero lácteo	1	0.6078	0.6078	1.41	0.247	0.002
Extracto de mango	1	47.6532	47.6532	110.35	0.000	0.638
Maltodextrina * suero lácteo	1	6.8543	6.8543	15.87	0.001	0.087
Maltodextrina * extracto	1	0.5025	0.5025	1.16	0.291	0.001
Suero lácteo * extracto	1	0.2869	0.2869	0.66	0.423	0.000
Maltodextrina * suero lácteo * extracto	1	1.026	1.026	2.38	0.136	0.008
Error	16	10.3645	0.4319			
Total	23	73.6231				
$\omega^2$ para efecto combinado						0.815

c) ANOVA de tres factores para  $b^*$  de los polvos del ciclón

Fuente	GL	SC	MC	F	Valor $p$	$\omega^2$
Maltodextrina	1	51.23	51.23	130.16	0.000	0.509
Suero lácteo	1	17.13	17.13	43.51	0.000	0.168
Extracto de mango	1	0.09	0.09	0.23	0.638	0.000
Maltodextrina * suero lácteo	1	12.59	12.59	31.98	0.000	0.122
Maltodextrina * extracto	1	8.62	8.62	21.90	0.000	0.082
Suero lácteo * extracto	1	0.35	0.35	0.89	0.355	0.000
Maltodextrina * suero lácteo * extracto	1	0.01	0.01	0.02	0.900	0.000
Error	16	9.45	0.39			
Total	23	99.46				
$\omega^2$ para efecto combinado						0.881

**Apéndice 11.8.** Análisis de varianza de los valores de  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  para los polvos obtenidos en la cámara de secado.

**a) ANOVA de tres factores para  $L^*$  de los polvos de la cámara de secado**

Fuente	GL	SC	MC	F	Valor p	$\omega^2$
Maltodextrina	1	1053.06	1053.06	216.64	0.000	0.678
Suero lácteo	1	167.22	167.22	34.40	0.000	0.105
Extracto de mango	1	66.61	66.61	13.70	0.001	0.040
Maltodextrina * suero lácteo	1	19.36	19.36	3.98	0.057	0.009
Maltodextrina * extracto	1	91.90	91.90	18.91	0.000	0.056
Suero lácteo * extracto	1	0.03	0.03	0.01	0.941	0.000
Maltodextrina * suero lácteo * extracto	1	26.15	26.15	5.38	0.029	0.014
Error	24	166.66	4.86			
Total	31	1541.00				
$\omega^2$ para efecto combinado						0.900

**b) ANOVA de tres factores para  $a^*$  de los polvos de la cámara de secado**

Fuente	GL	SC	MC	F	Valor p	$\omega^2$
Maltodextrina	1	177.002	177.002	216.64	0.000	0.678
Suero lácteo	1	47.678	47.678	58.35	0.000	0.180
Extracto de mango	1	6.480	6.480	7.93	0.010	0.022
Maltodextrina * suero lácteo	1	0.001	0.001	0.00	0.972	0.000
Maltodextrina * extracto	1	1.051	1.051	1.29	0.268	0.001
Suero lácteo * extracto	1	1.125	1.125	1.38	0.252	0.001
Maltodextrina * suero lácteo * extracto	1	5.917	5.917	7.24	0.013	0.020
Error	24	19.609	0.817			
Total	31	258.862				
$\omega^2$ para efecto combinado						0.900

c) ANOVA de tres factores para  $b^*$  de los polvos de la cámara de secado

Fuente	GL	SC	MC	F	Valor $p$	$\omega^2$
Maltodextrina	1	64.923	64.923	42.62	0.000	0.358
Suero lácteo	1	0.080	0.080	0.05	0.821	0.000
Extracto de mango	1	0.763	0.763	0.50	0.486	0.000
Maltodextrina * suero lácteo	1	4.836	4.836	3.17	0.087	0.019
Maltodextrina * extracto	1	55.493	55.493	36.43	0.000	0.305
Suero lácteo * extracto	1	0.088	0.088	0.06	0.812	0.000
Maltodextrina * suero lácteo * extracto	1	12.701	12.701	8.34	0.008	0.063
Error	16	36.563	1.523			
Total	23	175.447				
$\omega^2$ para efecto combinado						0.750

**Apéndice 11.9.** Fórmula para el cálculo de omega cuadrada ( $\omega^2$ ).

$$\omega^2 = \frac{SC_{efecto} - (GL_{efecto})CM_{error}}{SC_{total} + CM_{error}}$$

donde:

$SC_{efecto}$  = suma de cuadrados del efecto

$GL_{efecto}$  = grados de libertad del efecto

$CM_{error}$  = cuadrado medio del error

$SC_{total}$  = suma de cuadrados total

**Apéndice 11.10.** Subconjuntos de calibración y validación formados con el conjunto de muestras de polvos de jitomate.

CÁMARA DE SECADO				CICLÓN				
No. Tratamiento		No. Tratamiento		No. Tratamiento		No. Tratamiento		
CALIBRACIÓN	1	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	1	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	27	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub> SC	27	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub> SC
	2	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	2	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	28	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub> SC	28	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub> SC
	3	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	3	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	29	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC	29	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC
	4	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	4	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	30	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC	30	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC
	6	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	5	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	32	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC	31	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC
	7	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	6	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	33	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub> SC	32	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC
	9	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	7	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	35	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC	33	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub> SC
	10	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	8	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	36	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC	34	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub> SC
	12	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	9	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	38	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC	35	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC
	13	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	10	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	39	MD <sub>2</sub> L <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub> SC	36	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC
	15	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	11	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	41	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC	37	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC
	16	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	12	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	42	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC	38	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC
	18	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	13	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	44	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC	39	MD <sub>2</sub> L <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub> SC
	19	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	14	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	45	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC	40	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub> SC
	21	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	15	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	47	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC	41	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC
	22	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	16	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	48	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC	42	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC
	23	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	17	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	49	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC	43	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC
	26	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	18	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	50	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC	44	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC
VALIDACIÓN	5	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	19	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>1</sub>	31	MD <sub>1</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC	45	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC
	8	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	20	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	34	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub> SC	46	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC
	11	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	21	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub>	37	MD <sub>1</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC	47	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>3</sub> SC
	14	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	22	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub>	40	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub> SC	48	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>1</sub> SC
	17	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	23	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub>	43	MD <sub>2</sub> SL <sub>0</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC	49	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC
	20	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>0</sub> R <sub>2</sub>	26	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	46	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>2</sub> SC	50	MD <sub>2</sub> SL <sub>10</sub> ES <sub>2</sub> R <sub>3</sub> SC



**Apéndice 11.11.** Gráfica de varianza proveniente de los datos de calibración del grupo 6, formado con los datos del ciclón y de la cámara de secado.

