

**UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE LA MIXTECA  
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

**“Proceso de manufactura de encapsulados de *Moringa oleifera*  
para ser incorporados en un producto alimenticio, aplicando la  
metodología de Despliegue de la Función de Calidad”**

PARA OBTENER EL GRADO DE:  
**Maestra en Tecnología Avanzada de Manufactura**

PRESENTA:

**Ing. Lorena Barragán Noriega**

DIRECTORA:

**Dra. Laura Márquez De Santis**

CODIRECTOR:

**Dr. Álvaro Jesús Mendoza Jasso**

ASESORA:

**Dra. Mirna Patricia Santiago Gómez**

Huajuapán de León, Oaxaca, marzo 2020

## **Resumen**

En este proyecto se presenta el diseño, desarrollo y puesta a punto de un proceso para producir polvo de hojas de *Moringa oleifera* (*M. oleifera*) microencapsulado, el cual pueda ser incorporado a un producto alimenticio preparado a base de harinas. Para garantizar la eficiencia del proceso de manufactura y la calidad de las cápsulas, se aplicó la metodología modificada del QFD (acrónimo en inglés de Quality Function Deployment), que consistió en la aplicación de las 3 primeras matrices para la obtención del producto a nivel laboratorio. La primera matriz permitió determinar las características técnicas (CT) del producto, con la segunda se identificaron los parámetros determinantes del producto y con la tercera se obtuvieron los parámetros determinantes del proceso. Como resultado de la evaluación de esta última matriz, se realizó un análisis de regresión lineal múltiple para determinar los valores específicos de los parámetros determinados como más influyentes: el pH y la relación polimérica de la pared de las cápsulas. Los rangos de valores estudiados fueron identificados previamente con barridos unidimensionales.

Posteriormente, se realizaron pruebas fisicoquímicas a las cápsulas obtenidas evaluando el contenido de proteína cruda, porcentaje de cenizas, humedad y color, con la finalidad de determinar sus propiedades nutricionales y sensoriales finales.

## ÍNDICE GENERAL

<b>Resumen</b> .....	2
<b>Índice de figuras</b> .....	5
<b>Índice de tablas</b> .....	7
<b>Abreviaturas</b> .....	8
<b>1. Introducción</b> .....	9
1.1 Objetivos .....	12
1.1.1 Objetivo general .....	12
1.1.2 Objetivos específicos .....	12
1.2 Justificación .....	12
1.3 Hipótesis .....	13
1.4 Metas .....	14
1.5 Alcances de la tesis .....	14
<b>2. Marco teórico</b> .....	15
2.1 Metodología de Despliegue de la Función de Calidad (Quality Function Deployment (QFD)). ----	15
2.1.1 Enfoque tradicional del QFD .....	15
2.2 Diagrama de proceso de operaciones .....	17
2.3 Encapsulación .....	17
2.3.1 Métodos de encapsulación .....	18
2.3.2 Coacervación compleja .....	21
2.3.3 Biopolímero .....	21
2.4 <i>Moringa oleifera</i> .....	23
2.5 Métodos de caracterización .....	24
<b>3. Antecedentes (estado del arte)</b> .....	27
3.1 QFD en productos alimenticios. ....	27
3.2 Coacervación compleja sobre polvos de productos alimenticios. ....	28
3.3 <i>Moringa oleifera</i> en productos alimenticios. ....	29
<b>4. Metodología experimental</b> .....	31
4.1 Adaptación del QFD para la producción de <i>M. oleifera</i> microencapsulada .....	31
4.1.1 La casa de la calidad (Primera Matriz) .....	32
4.1.2 Parámetros cuantificables del producto (Segunda Matriz) .....	34
4.1.3 Parámetros determinantes del proceso (Tercera Matriz) .....	34
4.1.3.1 Proceso de encapsulación de PHMO .....	35
4.1.3.2 Técnicas de secado para el PHMO microencapsulado .....	36
4.2 Caracterización fisicoquímica .....	36
4.2.1 Determinación de proteína cruda, porcentaje de humedad y cenizas .....	37
4.2.2 Cuantificación del color .....	37
4.2.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM) .....	38
4.2.4 Rendimiento de la coacervación .....	38
<b>5. Resultados</b> .....	38
5.1 Desarrollo de la Metodología QFD .....	39
5.1.1 Primera iteración del QFD .....	41
5.1.1.1 Fase 1: La casa de la calidad .....	41
5.1.2 Segunda iteración del QFD .....	48
5.1.2.1 Fase 1: La casa de la calidad .....	48
5.1.3.1 Fase 2: Parámetros cuantificables del producto .....	53
5.1.4.1 Fase 3: Parámetros determinantes del proceso .....	56
5.1.4.1.1 Influencia del pH y la relación de la mezcla entre los componentes poliméricos (el rendimiento del coacervado) .....	60

5.1.4.1.2 Concentración de las soluciones y el tipo de polianión (Microencapsulación de <i>M. oleifera</i> ) -----	69
5.1.4.1.3 Diagrama de proceso de operaciones para la microencapsulación de polvo de hojas de <i>M. oleifera</i> -----	73
5.2 Caracterización del polvo de hojas de <i>M. oleifera</i> microencapsulado -----	82
5.2.1 Cuantificación del color -----	84
5.2.2 Morfología del PHMO microencapsulado -----	87
<b>Conclusión</b> -----	89
<b>Bibliografía</b> -----	90
<b>Anexos</b> -----	95

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Enfoque tradicional del proceso de aplicación del QFD para el diseño y desarrollo de productos. -----	16
<b>Figura 2.</b> Coordenadas CEIL*, a*, b* representadas en un espacio de color [32]. -----	26
<b>Figura 3.</b> Estructura de las matrices utilizadas en el desarrollo del QDF. A) Fase 1- La casa de la calidad, B) Fase 2- Parámetros cuantificables del producto y C) Fase 3- Parámetros determinantes del proceso. -----	31
<b>Figura 4.</b> Esquema general del proceso de aplicación del QFD para la obtención de PHMO a nivel laboratorio. -----	40
<b>Figura 5.</b> Resultado de los apartados del 1 al 5 correspondientes a la Fase 1: La casa de la calidad, respectiva a la iteración 1. -----	42
<b>Figura 6.</b> Resultado del apartado 6 correspondientes a la Fase 1: La casa de la calidad, respectiva a la iteración 1. -----	43
<b>Figura 7.</b> Resultado de la Fase 1: La casa de la calidad, correspondiente a la iteración 2. -----	49
<b>Figura 8.</b> Fase 2: Parámetros cuantificables del producto. -----	54
<b>Figura 9.</b> Fase 3: Parámetros determinantes del proceso. -----	57
<b>Figura 10.</b> Diagrama de flujo del proceso de coacervación. -----	59
<b>Figura 11.</b> Estudio de Potencial Zeta de la gelatina, la CMC y la goma xantana. Adaptado de los autores [51] y [52]. -----	60
<b>Figura 12.</b> Porcentaje de coacervación del complejo precipitado (barras) y porcentaje de transmitancia (a 500nm) de la solución sobrenadante (línea), en una mezcla polimérica total (100%), empleando el 75% de gelatina al 1% y 25% de CMC al 0.5%. -----	61
<b>Figura 13.</b> Porcentaje de transmitancia (a 500nm) de las soluciones sobrenadante, para las mezclas de gelatina-goma xantana en relación 50:50 (banda en primer plano) y para gelatina-CMC en relación 75:25 (banda segundo plano). -----	63
<b>Figura 14.</b> Porcentajes de coacervación y transmitancia obtenidos al variar el porcentaje de gelatina en la mezcla de polímeros, para los sistemas A) gelatina-CMC y B) gelatina-goma xantana, obtenidos a un pH 3.6. -----	65
<b>Figura 15.</b> Comportamiento del porcentaje de coacervación según las condiciones de operación para el par polimérico G-X, evaluado en un intervalo de valores de pH y de la relación de mezcla, (3.0 – 4.6) y (50 – 75%, de gelatina). -----	66
<b>Figura 16.</b> Comportamiento del porcentaje de coacervación según las condiciones de operación para el par polimérico G-X, evaluado en un intervalo de valores de pH (3.0 – 4.6) y a una relación de mezcla 65% gelatina – 35% goma xantana. -----	67
<b>Figura 17.</b> Comportamiento de la variable de respuesta del análisis del par polimérico G-CMC, evaluado en un intervalo de valores de pH y de la relación de mezcla, (3.0 – 4.6) y (65% –35%, 75%-25% y 85%-15%, respectivamente). -----	68
<b>Figura 18.</b> Comportamiento del porcentaje de coacervación del par polimérico G-X, evaluado en un intervalo de valores de pH (3.4 – 5.0) y a una relación de mezcla 85% gelatina – 15% goma xantana. -----	69
<b>Figura 19.</b> Morfología y nivel de deposición del coacervado formado sobre el PHMO, usando soluciones poliméricas de G-X y G-CMC a varias concentraciones. -----	71
<b>Figura 20.</b> Morfología de los coacervados obtenidos para los pares A) gelatina - goma xantana en forma de filamento y B) gelatina – CMC con formas irregulares discretas. -----	73
<b>Figura 21.</b> Diagrama de proceso de operaciones para la elaboración del PHMO encapsulado a nivel laboratorio. -----	76
<b>Figura 22.</b> Diferencia del aspecto visual del polvo de hojas de <i>M. oleifera</i> solo (A) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total. -----	85

<b>Figura 23.</b> Producto encapsulado y secado por aspersión (65% gelatina – 35% goma xantana) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total. -----	85
<b>Figura 24.</b> Producto encapsulado y secado en estufa (65% gelatina – 35% goma xantana) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total. -----	86
<b>Figura 25.</b> Producto encapsulado y secado en estufa (85% gelatina – 15% CMC) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total. -----	86
<b>Figura 26.</b> Morfología de los coacervados obtenidos para los pares A) 65 % gelatina – 35% goma xantana, pH 3.6. y B) 85% gelatina – 15% CMC, pH 4.2. -----	87
<b>Figura 27.</b> Morfología de los coacervados obtenidos y observados por SEM en donde se aprecia la forma y apariencia de cada muestra. -----	88
<b>Figura 28.</b> Histograma para residuos eliminados (t). -----	101
<b>Figura 29.</b> Gráfico Q-Q Normal - Residuos eliminados (t). -----	101
<b>Figura 30.</b> Residuos vs Y predicha. -----	102
<b>Figura 31.</b> Residuos eliminados (t) vs % gelatina -----	102
<b>Figura 32.</b> Residuos eliminados (t) vs % $G^2$ -----	103
<b>Figura 33.</b> Residuos eliminados (t) vs $pH^2$ -----	103
<b>Figura 34.</b> Residuos eliminados (t) vs %g*pH. -----	104
<b>Figura 35.</b> Residuos eliminados (t). -----	104

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Composición nutritiva de las hojas, vainas y semillas de la <i>M. oleifera</i> . Todos los valores fueron determinados a partir de 100 g de material vegetal [23], [24], [25]. -----	24
<b>Tabla 2.</b> Descripción de los productos de PHMO existentes en el mercado [45], [46], [47]. -----	46
<b>Tabla 3.</b> Resumen de la información de entrada y salida de la evaluación de la primera matriz del QFD, iteración 1. -----	47
<b>Tabla 4.</b> Información de entrada y salida de la evaluación de la primera matriz del QFD, iteración 2. -----	51
<b>Tabla 5.</b> Descripción de los requerimientos establecidos por el cliente. -----	51
<b>Tabla 6.</b> Descripción de las características técnicas establecidas según las necesidades expresadas por el cliente. -----	52
<b>Tabla 7.</b> Información resultante de la evaluación de la segunda matriz del QFD, iteración 2. -----	55
<b>Tabla 8.</b> Descripción de los parámetros del producto que se requieren medir para determinar el cumplimiento de los requerimientos del cliente. -----	56
<b>Tabla 9.</b> Información obtenida de la evaluación de la tercera matriz del QFD, iteración 2. -----	58
<b>Tabla 10.</b> Descripción de los parámetros determinantes del proceso requeridos para la obtención del PHMO microencapsulado. -----	58
<b>Tabla 11.</b> Matriz de diseño de pruebas para evaluar el comportamiento de la coacervación variando la concentración de las soluciones poliméricas. -----	72
<b>Tabla 12.</b> Resultados obtenidos de la determinación de proteína cruda, cenizas y porcentaje de humedad de las muestras de polvo de hojas de <i>M. oleifera</i> sin encapsular y encapsulada. -----	83
<b>Tabla 13.</b> Resultados obtenidos de las mediciones de color en las coordenadas CIEL*a(v-r) *b(az-am)* del sistema CIE. -----	86
<b>Tabla 14.</b> Tratamientos ejecutados y respuesta obtenida de los barridos unidimensionales, evaluando el valor de pH y la relación polimérica de la pared de la cápsula. -----	95
<b>Tabla 15.</b> Datos de respuesta obtenidos de la ejecución de los barridos unidimensionales del diseño, evaluando el valor de pH y la relación polimérica de la pared de las cápsulas. -----	96
<b>Tabla 16.</b> Información obtenida del análisis de los datos por ajuste de regresión lineal múltiple con ayuda del complemento StatPlus de Excel. -----	99
<b>Tabla 17.</b> Información del análisis de ajuste de regresión múltiple obtenida con ayuda del complemento StatPlus para Excel, para la regresión seleccionada según los parámetros de mejor ajuste y conformada sólo con las variables predictoras retenidas. -----	100
<b>Tabla 18.</b> Composición del PHMO microencapsulado y secado por aspersión. -----	105

## Abreviaturas

---

UTM	Universidad Tecnológica de la Mixteca
I+D	Investigación y Desarrollo
QFD	Despliegue de la Función de Calidad (Quality Function Deployment)
HOQ	La casa de la Calidad (House of Quality)
<i>M. oleifera</i>	<i>Moringa oleifera</i>
PHMO	Polvo de hojas de <i>M. oleifera</i>
G	Gelatina
X	Goma xantana
CMC	Carboximetilcelulosa
P	Polisacárido
%G	Porcentaje de gelatina
%X	Porcentaje de goma xantana
%CMC	Porcentaje de carboximetilcelulosa
AOAC	Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (Association of Official Analytical Chemist)
CIE	Comisión Internacional de Iluminación (Comission Internationale de l'Eclairage)
SEM	Microscopía electronica de barrido (Scanning Electron Microscopy)
EEP	Equivalencia electronica
pH <sub>max</sub>	Valor de pH para generar la máxima coacervación
%Coa.	Porcentaje de coacervación
CT	Características técnicas
NC	Necesidades del cliente
Req.	Requerimientos
Carac.	Características
Pro.	Proceso
Manuf.	Manufactura
Produc.	Producción



# 1. Introducción

---

La manufactura es un sector importante que permite el desarrollo socio-económico de una sociedad, transformando recursos en productos terminados o semiterminados con un valor agregado, con el propósito de satisfacer las necesidades y demandas de un consumidor. Se define a la **manufactura** como: “un sistema en el que intervienen procesos físicos, químicos y/o mecánicos para transformar propiedades, geometrías o estado de una materia prima inicial, con el propósito de fabricar productos o piezas” [1]. Con el paso del tiempo se han desarrollado diversos procesos, métodos, tecnología, máquinas y herramientas que permiten la transformación de la materia prima, debido a esto, se han dividido las industrias manufactureras según su naturaleza de transformación en: *Primarias*, *Secundarias* y *Terciarias*.

La industria alimentaria pertenece a las industrias secundarias, debido a que produce artículos listos para su adquisición y consumo inmediato. La industria alimentaria es un sector productivo que realiza actividades para el tratamiento, transformación, preparación, conservación y envasado de productos alimenticios [2]. En las últimas décadas esta industria ha experimentado un intenso proceso de diversificación e innovación tecnológica, condicionado por las preferencias de un consumidor cada vez más informado, el cual demanda el desarrollo de productos más dirigidos a sus exigencias.

Ante esta situación se han desarrollado metodologías para medir la calidad y el valor nutritivo de los alimentos; dichas metodologías evalúan principalmente el cumplimiento de tres funciones necesarias que deberán contener los productos alimenticios para lograr su aceptación en el mercado: la función “*primaria*” establece que éstos deben poseer la cantidad de nutrientes estándar, por su parte la función “*secundaria*” evalúa el contenido de propiedades sensoriales como el aroma, sabor, apariencia, textura y olor; por último la “*terciaria*” verifica que el contenido de las propiedades ayuden a prevenir enfermedades por medio de la modulación de los sistemas fisiológicos como: inmunitario, endocrino, nervioso, circulatorio y digestivo.

Los alimentos que cumplen con esta última función son conocidos como *alimentos funcionales* definidos como: “*alimentos procesados que tienen beneficios preventivos de enfermedades y / o beneficios para la salud además de su valor nutritivo*” [3]. Dichos

alimentos pueden obtener sus atributos principalmente de extractos de plantas que poseen antioxidantes, ácidos grasos poliinsaturados, probióticos, vitaminas y minerales [4]. Los alimentos naturales como: chía (*Salvia hispánica*), nopal (*Opuntia ficus-indica*), jengibre (*Zingiber officinale*), alga Spirulina, quinua (*Chenopodium quinoa*), arándano (*Vaccinium oxycoccus*), *M. oleifera*, *Aloe vera*, entre otros, cumplen con la tendencia de consumo de alimentos saludables y nutritivos. En las últimas décadas se ha incrementado la demanda de estos productos alimenticios a causa del interés del consumidor por relacionar la dieta con su salud [5], creando un terreno potencialmente fértil para el desarrollo de productos alimenticios que cumplan con estas demandas.

Con el paso del tiempo, la industria alimentaria ha aplicado diversos procesos y métodos específicos para proteger las propiedades naturales de los alimentos, como resultado de someterlos a procesos de transformación que modifiquen su estado natural. La encapsulación permite revestir al componente activo con el propósito de disminuir o prevenir su degradación causada por el medio ambiente, este método ha sido utilizado para proteger y enmascarar: sabores, aromas, texturas, enzimas, fármacos, entre otros, permitiendo mejorar sus condiciones de dosificación y manejo.

Por otro lado, la industria alimentaria enfrenta diversos retos para permanecer en el mercado, puesto que, debe “*producir exactamente el producto que el consumidor ha estado esperando, en el momento que lo quiere sin hacer concesiones a la calidad del producto*”, y por otro lado debe reducir el tiempo de desarrollo, producción y comercialización de los nuevos productos. Como consecuencia, surge la necesidad de establecer procesos de desarrollo estructurados, que permitan producir de forma eficiente productos alimenticios, ya que, a diferencia de los ensamblados, estos no permiten corregir un defecto dentro de la línea de producción con un cambio de componente o sometándolo a un reproceso, debido a que, por su naturaleza, todos sus elementos se encuentran mezclados. “*Un producto alimenticio debe producirse bien a la primera vez o en su defecto deberá ser desechado*” [6].

Aunado a esto, uno de los principales obstáculos al que se enfrentan las empresas dedicadas al desarrollo y manufactura de productos alimenticios, es que, la gran mayoría practica un proceso tradicional de desarrollo, el cual se lleva a cabo implementando una secuencia lineal de trabajo que limita y obstaculiza la comunicación entre los departamentos involucrados, principalmente mercadotecnia e investigación y desarrollo (I+D), creando problemas de

planificación, generación de conceptos o de ejecución, dando como resultado insatisfacción tanto para los consumidores como para la propia empresa [7]. Para resolver esta problemática, algunas industrias alimentarias han introducido la metodología del Despliegue de la Función de Calidad (de sus siglas en inglés, Quality Function Deployment (QFD)), que permite eliminar la secuencia tradicional lineal de trabajo a través de una interacción y retroalimentación entre cada uno de los departamentos, esta metodología forma parte de la ingeniería concurrente. La ingeniería concurrente (IC) es una filosofía de diseño que integra de forma simultánea el desarrollo del proceso y el producto, evaluando los factores que intervienen en su ciclo de vida (desde el diseño hasta ser retirado del mercado) como la calidad, costo, tiempo y necesidades de los clientes [8].

Acorde a lo mencionado, en la presente investigación se aplicó el QFD para la determinación, diseño y desarrollo de las condiciones específicas del proceso de manufactura, para producir polvo de hojas de *M. oleifera* (PHMO) encapsulado. La aplicación de dicha metodología consiste en el desarrollo de 4 matrices: planeación de la producción, despliegue del diseño, planificación del proceso y planificación de operaciones de producción; las cuales permiten esclarecer de forma gráfica y secuencial el comportamiento y evolución del producto. En este trabajo se aplicaron las tres primeras matrices debido a que el producto se produjo a nivel laboratorio. El coacervado se obtuvo por el método de coacervación compleja, que consiste en la formación de cápsulas por medio de la separación de dos fases, una continua y otra dispersa en sistemas coloidales unidas por fuerzas hidrofóbicas [9].

La ejecución de pruebas experimentales unidimensionales permitió analizar y determinar, los parámetros más influyentes en el proceso de coacervación de dos pares de polímeros, gelatina – goma xantana y gelatina – CMC, así como también, se encontraron los rangos de valores en los que se obtenían cantidades máximas y estables de la variable de respuesta (porcentaje de coacervación) a través de la regresión lineal múltiple del pH y la composición polimérica, parámetros identificados como los más influyentes.

## 1.1 Objetivos

### 1.1.1 Objetivo general

Desarrollar un proceso de manufactura para la obtención de polvo de hojas de *Moringa oleifera* encapsulado, para su incorporación en productos alimenticios preparados a base de harinas, aplicando la metodología del Despliegue de la Función de Calidad y el método de Coacervación compleja, con la finalidad de mantener sus propiedades nutricionales y mejorar su perfil sensorial.

### 1.1.2 Objetivos específicos

- Aplicar la primera matriz del QFD para identificar las especificaciones técnicas de las cápsulas de PHOM solicitadas por el cliente.
- Aplicar la segunda matriz del QFD para establecer los parámetros determinantes del producto (cápsulas portadoras de PHOM).
- Aplicar la tercera matriz del QFD para obtener los parámetros determinantes del proceso para la obtención de las cápsulas de PHOM.
- Seleccionar los valores de los parámetros independientes para la obtención de altos porcentajes de coacervación.
- Caracterizar las cápsulas obtenidas mediante análisis fisicoquímicos: porcentaje de proteína, humedad, cenizas y color.
- Preparar un lote de PHOM encapsulado para el cliente.

## 1.2 Justificación

La industria alimentaria es una de las industrias con mayor actividad de desarrollo y lanzamiento de nuevos productos, sin embargo, se considera que entre el 40% y 50% del total de los nuevos productos colocados en el mercado no logran la aceptación y permanencia en el mismo, encontrándose fuera de los anaqueles minoristas en menos de un año [10]. Por lo tanto, se afirma que la mayoría de los productos alimenticios desarrollados carecen del éxito o impacto deseado, como consecuencia de haber sido diseñados sin considerar las

necesidades del consumidor [11]. En la presente investigación se propone desarrollar PHMO encapsulado aplicando la metodología del QFD, la cual permitirá llevar a cabo el proceso de diseño y desarrollo del producto cubriendo las necesidades de manejo y dosificación durante y posterior a la encapsulación. Así mismo, se pretende establecer un proceso de producción a nivel laboratorio adecuado que permita crear una ventaja competitiva en el mejoramiento sensorial y calidad del polvo requerida por el cliente.

Las cápsulas de PHOM obtenidas, podrían ser potencialmente utilizadas para la fortificación de productos alimenticios elaborados principalmente a base de harinas, con el propósito de disminuir el impacto del sabor y color de la planta garantizando la aceptación del producto final. Para la producción del polvo encapsulado se considera el desarrollo e implementación de un proceso de manufactura avanzado y novedoso, teniendo en cuenta que, en la actualidad no se ha aplicado la coacervación en este contexto, dicho método permite de una forma eficiente la incorporación de un ingrediente clave para alcanzar las características deseadas del producto alimenticio final. Aunado a esto, este trabajo podría ser una de las bases para el desarrollo de nuevas y futuras investigaciones en la aplicación del PHMO encapsulado en diferentes productos alimenticios, así como también para el desarrollo y aplicación de nuevos métodos que propongan vías alternas para su incorporación.

### **1.3 Hipótesis**

La metodología de QFD y el método de coacervación compleja, aplicados en el desarrollo y manufactura de polvo de hojas de *Moringa oleifera* encapsulado, permitirán obtener un proceso y un producto de calidad que satisfaga la necesidad de mejorar las características sensoriales de la planta, al ser incorporado en harinas alimenticias.

## 1.4 Metas

- Aplicación y evaluación de la primera y segunda fases de QFD que permitirán obtener las especificaciones y requerimientos de la cápsula portadora de PHMO.
- Aplicación y evaluación de la tercera fase de QFD, la cual permitirá determinar las condiciones y parámetros del proceso específicos para la obtención del PHMO encapsulado.
- Selección de los parámetros más influyentes en el proceso de coacervación del PHMO.

## 1.5 Alcances de la tesis

- La obtención de un polvo de hojas de *M. oleifera* recubierto con una cápsula estable al lavado y a las condiciones de procesamiento, será la variable dependiente principal a trabajar durante esta investigación, con el objetivo de reducir el impacto del sabor y color de la planta al ser incorporado en un producto alimenticio.
- Un grupo de investigadores del laboratorio “Ciencia y Tecnología de Alimentos” de la UTM, considerado como el cliente, aportará la información específica para establecer sus requerimientos o necesidades que servirán para dar inicio a la evaluación de la primera matriz del QFD.
- La presente investigación no realizará directamente estudios microbiológico y sensorial, estos resultados se obtendrán por parte de otra investigación.
- Las cápsulas portadoras de PHMO se generarán por la vía húmeda, bajo solicitud del cliente, se procederá a aplicar un proceso de secado para producir cápsulas en polvo, que proporcionen otras alternativas de aplicación.
- En la presente investigación se producirá PHMO encapsulado con el fin de incorporarlo en productos alimenticios a base de harinas.
- Se entregará la caracterización de las cápsulas portadoras de PHMO, que comprende: contenido de proteína, cenizas y color.

## 2. Marco teórico

---

### 2.1 Metodología de Despliegue de la Función de Calidad (Quality Function Deployment (QFD)).

El propósito del QFD, es generar un proceso visual que conecte y ayude al equipo de trabajo a enfocarse en la planificación y desarrollo de un producto o servicio, cubriendo las necesidades de un consumidor o usuario [12]. Así también, mediante su aplicación se pretende introducir la idea de calidad en las primeras etapas del ciclo de diseño y reevaluar estos problemas a lo largo del ciclo de vida del producto. Esta metodología fue propuesta por primera vez en Japón por Yoji Akao y Shigeru Mizuno, su aplicación tuvo aportes significativos en varios sectores de la industria, principalmente en la automotriz. Debido a los notables beneficios de su aplicación, en 1987 fue adoptada en la industria alimentaria [13].

La aplicación del QFD ha generado importantes beneficios tangibles e intangibles dentro de los cuales destacan: *mayor confiabilidad, reducción de tiempos en la manufactura, disminución de costos de diseño, disminución o eliminación de quejas, reducción en el número de cambios durante el desarrollo del producto, mejora la comunicación del equipo de desarrollo, ayuda como asesoramiento en la toma de decisiones, preserva el conocimiento de la empresa y asegura la satisfacción del cliente* [13].

#### 2.1.1 Enfoque tradicional del QFD

El desarrollo de la metodología dirigido al diseño y desarrollo de diversos productos no alimenticios, se realiza por medio de la aplicación de su enfoque tradicional, el cual consiste en la aplicación de 4 matrices básicas como se muestran en la siguiente Figura 1, [14].

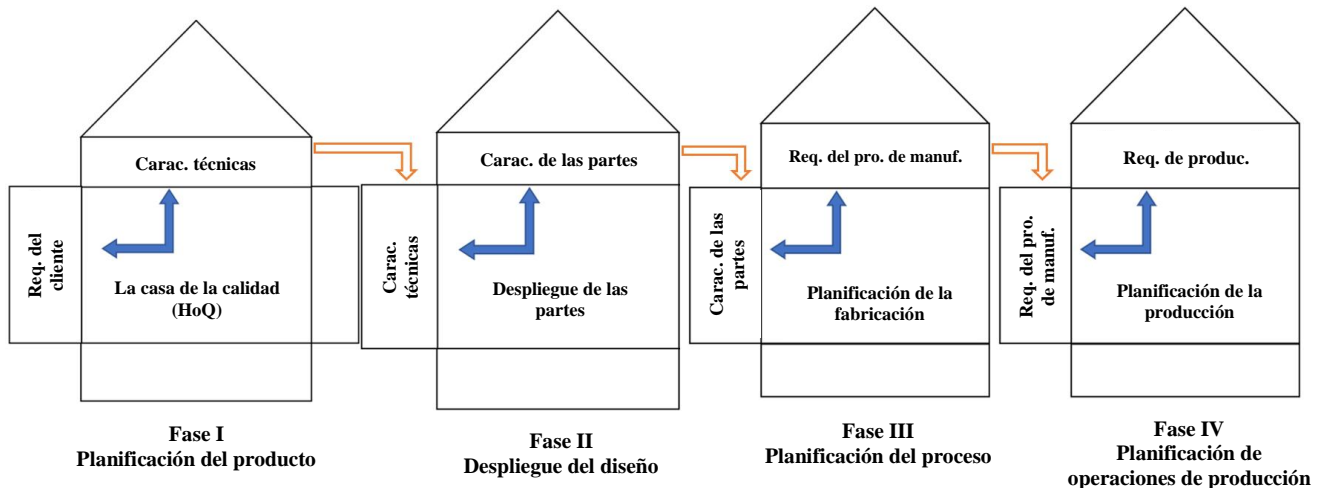


Figura 1. Enfoque tradicional del proceso de aplicación del QFD para el diseño y desarrollo de productos.

A continuación, se realiza la descripción de forma general de cada una de las fases que componen y que se desarrollan durante la aplicación del enfoque tradicional del QFD, para el desarrollo de diversos productos no alimenticios [12]:

### **Fase I: Planificación del producto**

El objetivo principal de esta matriz es determinar y priorizar los requerimientos del cliente para traducirlos en características técnicas (CT) de diseño, las cuales serán expresadas en valores cuantitativos que permitirán medir la calidad y la satisfacción de las necesidades del cliente (NC). Las NC son capturadas de varias fuentes de información tales como: discusión directa o entrevistas, encuestas, grupos focales, especificaciones del cliente, benchmarking competitivo, etc.

### **Fase II: Despliegue del diseño**

El propósito de esta fase es establecer o identificar los componentes o parámetros necesarios para fabricar el producto, esto según la naturaleza del producto a desarrollar, utilizando la información de las CT de mayor importancia seleccionadas en la matriz anterior.



### **Fase III: Planificación de la fabricación**

La elaboración de esta tercera matriz se realiza con la finalidad de evaluar los componentes o parámetros que formaran el producto, con el propósito principal de fijar las condiciones y etapas del proceso necesarias que permitan su fabricación de una forma eficiente.

### **Fase IV: Planificación de la producción**

En esta última etapa del QFD se evalúan las condiciones y etapas del proceso para determinar los métodos y parámetros de inspección y control del proceso durante la producción del producto diseñado.

## **2.2 Diagrama de proceso de operaciones**

Para fabricar un producto o brindar un servicio es necesario seguir un procedimiento sistemático que permita la visualización de cada una de las etapas del proceso de desarrollo, obteniendo como resultado un producto de calidad que cumpla con las expectativas iniciales. El diagrama de proceso de operaciones es una representación esquemática y simbólica para describir el proceso de fabricación de una forma ordenada y cronológica, involucrando los materiales o materia prima requerida para la obtención del producto terminado. Durante la elaboración del diagrama es necesario utilizar ciertos símbolos que representan las operaciones, inspecciones y la combinación de estas durante la descripción del proceso [15].

## **2.3 Encapsulación**

También llamada microencapsulación, tiene como principal objetivo servir como material de soporte, protección o revestimiento de nutrientes que requieran conservar las propiedades de los agentes activos hasta depositarlos en el lugar y tiempo adecuado. Las industrias farmacéuticas y alimentarias han mostrado gran interés en desarrollar y aplicar técnicas de microencapsulación, para proporcionar buen suministro y manejo de los productos. Algunas de las propiedades y agentes que han mejorado su funcionalidad por medio de las técnicas de encapsulación han sido los sabores, aromas, texturas, enzimas, estabilidad, entre otros. La morfología de las cápsulas depende de las propiedades fisicoquímicas de los nutrimentos que

se requiera encapsular, del material utilizado para el revestimiento y el método utilizado para la encapsulación, el tamaño resultante puede ser macro, micro y nanométricos [9].

En las últimas décadas se ha optado por fabricar cápsulas altamente eficientes que permitan controlar el manejo, suministro y liberación de los agentes activos contenidos en los productos, bajo parámetros de control específicos. Debido a esto existen diversas razones que justifican la necesidad del revestimiento de agentes activos tales como [9]:

- Proteger el agente de la degradación, al reducir su reactividad al ambiente exterior.
- Reducir o retardar la evaporación o velocidad de transferencia de un activo volátil, al ambiente exterior.
- Mejorar el aspecto visual y el concepto de marketing del producto final encapsulado.
- Modificar las características físicas de un material, lo que facilita su manejo.
- Lograr la liberación controlada y / o dirigida de los ingredientes activos.
- Enmascarar el sabor u olores del ingrediente (s) activo (s).
- Manejar ingredientes activos de gran valor.
- Mezclar compuestos incompatibles mediante la separación de componentes dentro de una mezcla que de lo contrario reaccionarían entre sí.
- Mejorar procesamiento de materiales.
- Manejar de forma segura los materiales tóxicos.

### **2.3.1 Métodos de encapsulación**

Los requerimientos del producto final, la naturaleza de los agentes activos a incorporar y la naturaleza del material polimérico o monomérico encapsulante, son algunos de los factores importantes que influyen en la selección del método de encapsulación. Los diferentes procesos de microencapsulación que existen se pueden aplicar por medio de procesos físicos, fisicoquímicos y físico-mecánicos [9]; a continuación, se mencionan y describen brevemente los métodos a temperatura ambiente más utilizados en la industria alimenticia:

- **Microemulsión**

Consiste en una dispersión termodinámicamente estable, de dos fases líquidas inmiscibles, una acuosa y otra oleosa, siendo estabilizadas por medio de un tensoactivo puro o en mezcla [9].

- **Complejación polielectrolítica**

Método que aporta un recubrimiento de hidrogeles producidos por gelificación ionotrópica (iones que neutralizan y precipitan biopolímeros de carga contraria) [9].

- **Polimerización interfacial**

Dicha técnica consiste en la formación de una capa sobre la superficie del núcleo oleoso líquido, con un monómero multifuncional dispersado en una fase acuosa. La polimerización del monómero tiene inicio en la superficie del núcleo, formando la pared de la cápsula por medio de la adición de un reactivo polimerizante del monómero [9].

- **Polimerización in situ**

Es un proceso químico en donde los monómeros u oligómeros, se encuentran en una sola fase, la polimerización puede ocurrir en la fase dispersa, pero en la mayoría de los casos ocurre en la fase continua [16].

- **Melt-Dispersión**

La técnica consiste en el recubrimiento de un material en otro, el material atrapado usualmente suele ser un líquido, el cual es conocido como el material central y el recubrimiento es llamado pared. Esta técnica se lleva a cabo por medio de la atomización de una matriz fundida a bajas temperaturas (32°C-82°C) contenida de los compuestos bioactivos en microgotas finamente dispersas, para posteriormente poder ser solidificadas en macropartículas [9], [17].

- **Secado por pulverización**

Es una técnica que se utiliza principalmente para moléculas de alimentos bioactivos y los probióticos vivos. Consiste en “disolver el núcleo en una dispersión de un material de matriz elegido”, realizando una dispersión atomizada en aire caliente, de esta forma en la salida las partículas en forma de polvo se separan del aire a una temperatura menor.

- **Coacervación**

Este método consiste en la formación de cápsulas por medio de la separación de dos fases en sistemas coloidales unidas por fuerzas hidrofóbicas. La fase más abundante se denomina fase continua y la fase menos abundante se denomina fase dispersa [9].

Se conocen dos tipos de procesos de coacervación:

- Coacervación simple
- Coacervación compleja

*“La propiedad única del sistema de coacervación es el hecho de que los componentes solventes de las dos fases (coacervado rico en polímero y la fase acuosa pobre en polímero) son iguales, es decir, agua”* [9].

En el proceso de coacervación se utilizan principalmente polímeros de tipo hidrofílicos en fase acuosa, los cuales son moléculas solubles o dispersantes en una solución acuosa. Los polímeros naturales mayormente utilizados en este método son: *“gelatina, alginato, gellan, carragenanos, goma arábiga, albúmina, caseína, aislado de proteína de suero de leche, aislado de proteína de soya, aislado de proteína de guisante, quitosano, pectina, almidón, entre otros.”* [9]. El método de coacervación simple implica solo un polímero en su solución acuosa, para llevar a cabo la separación entre las fases del polímero se añade a la solución un no disolvente miscible en agua para el polímero. Se considera al etanol, acetona, dioxano, isopropanol o propanol, electrolitos, entre otros, como ejemplos de no disolventes miscibles en agua utilizados en procesos de coacervación simple [9].

### **2.3.2 Coacervación compleja**

La coacervación compleja se basa en la capacidad de los polímeros solubles en agua, de cargas opuestas, para interactuar entre sí y formar una fase en polímeros de combinación insoluble en el medio acuoso. Los polímeros más utilizados para este método son la gelatina y la goma arábiga [9]. Los coacervados generalmente se producen a partir de proteínas y polisacáridos, por lo que pueden tener una amplia gama de funciones en diversos productos alimenticios. Diferentes factores tales como el pH, la concentración del polímero, la proporción de mezcla del polímero, la fuerza iónica y los tratamientos térmicos tienen un efecto significativo sobre la formación de coacervados complejos [9].

La densidad de carga de cada polímero representa el factor más importante para la coacervación compleja, dado que esta asegura la eficiencia de la interacción electrostática entre ellos. Esta densidad de carga puede modificarse a través de: el pH de la solución, la concentración de los polímeros, estructura de la cadena polimérica, el peso molecular y relación de los polímeros interactuando. El método de coacervación compleja, es el método que se utiliza con mayor frecuencia para la encapsulación de alimentos, en virtud de que permite crear cápsulas con una carga útil del 95%, así como la versatilidad de los procesos de liberación del agente activo del núcleo, la liberación se puede llevar a cabo por medio de *“difusión, cambio de pH, temperatura, presión osmótica, disolución, degradación de la pared y cizalladura”* [9].

### **2.3.3 Biopolímero**

#### **Polisacáridos**

Son un grupo heterogéneo de polímeros, integrados por más de 10 monosacáridos unidos por enlaces glucosídicos. Producen dispersiones de tamaño coloidal; se considera que puros no tienen color, aroma ni sabor. Los polisacáridos se han dividido según su función biológica en dos grandes grupos: los que permiten la formación de la estructura celular y el aporte de rigidez a los tejidos (celulosa, pectina, gomas, etc.), y el otro grupo representado por los derivados del reino animal que preservan su valor energético (glicógeno) y de productos vegetales (inulina y almidón) [19]. Uno de los polisacáridos utilizados en la industria alimenticia es:

## **Goma xantana**

Es considerada como una goma pseudoplástica caracterizada por formar soluciones muy viscosas estables dentro de un rango de pH de 1-9, así también si se encuentra dispersa en soluciones que contengan algunas sales en el medio. Presenta solubilidad en diferentes medios acuosos como: agua fría o caliente, soluciones de sacarosa, solución de cloruro de sodio y soluciones de etanol. Por otro lado, presenta una deficiente solubilidad en aceites vegetales y propilenglicol. El xantano tiene la capacidad de ser compatible con otras gomas, así como también es considerado como un agente espesante, estabilizador de carga y de suspensión [19], [19].

## **Carboximetilcelulosa (CMC)**

La CMC es un biopolímero modificado por procesos químicos derivado de la celulosa vegetal [20]. La solubilidad de este polisacárido varía con respecto a su peso molecular y a su proceso de carboximetilación. Se considera soluble en agua, en soluciones de sacarosa, solución de cloruro de sodio y soluciones de etanol, por otro lado, presenta una limitación de solubilidad en aceites vegetales y propilenglicol. Su grado de solubilidad depende del pH de la solución en donde se encuentre, se ha encontrado que en soluciones acidas por debajo de pH 4 se vuelve más insoluble. La CMC tiene aplicación en el área alimenticia ya que sirve como agente de carga, de suspensión y estabilizador en la preparación de productos alimenticios [21].

## **Proteínas**

Las proteínas son macromoléculas naturales formadas por cadenas lineales de aminoácidos, consideradas compuestos anfóteros en virtud de tener la capacidad de actuar como un ácido o una base, esto se debe a las cargas que poseen algunas de sus cadenas laterales. La electroforesis sucede cuando las proteínas son sometidas a un campo eléctrico, permitiéndole la migración hacia el polo de carga contraria a su carga neta y a un pH determinado. Las proteínas juegan un papel muy importante en los productos alimenticios, debido a su composición y secuencia de aminoácidos puede producir propiedades fisicoquímicas como:

hidrofobicidad, hidrofiliidad, tamaño, forma, carga neta y distribución de la carga, actividad superficial y viscosidad; estas a su vez desencadenan propiedades funcionales como: espumado, gelificación, formación de película o estructuras vítreas, capacidad para ligar agua o aceite, emulsificación, entre otras [9], [18].

Actualmente existen proteínas extraídas de productos de origen animal (gelatina, proteínas de suero y caseína) y vegetal (proteínas de soja, proteínas de guisantes y proteínas de cereales) utilizadas ampliamente en el proceso de encapsulación de sustancias activas. Su uso efectivo en la formación de paredes en la microencapsulación, se debe al buen desempeño en compuestos hidrofóbicos e hidrofílicos solos, así como también a la compatibilidad en mezcla con polisacáridos o polímeros sintéticos [9].

## **Gelatina**

Es una proteína obtenida del colágeno por hidrólisis, su aplicación es dirigida principalmente en productos alimenticios, farmacéuticos y adhesivos. El punto isoeléctrico de esta proteína se encuentra entre 4.8 y 5.2. Se considera que el pH, la fuerza iónica, la concentración, el punto isoeléctrico de la gelatina, son factores principales que pueden afectar la formación de sus geles termorreversibles [18].

## **2.4 Moringa oleifera**

La planta de *M. oleifera* es conocida mundialmente como el árbol de la vida o la planta milagrosa por sus diversos usos y aplicaciones en diferentes áreas, destacando principalmente en la medicina y nutrición. Esta planta es nativa de India, pero actualmente se ha logrado cultivar en muchos lugares del mundo como Nigeria, Haití, México, China, etc. [21]. La planta de *M. oleifera* es considerada como benéfica en su totalidad, cada una de sus partes tienen diferentes aplicaciones y usos [22]. En la Tabla 1, se realiza la descripción de los nutrientes y elementos que se encuentran en las hojas, vainas y semillas de la planta.

Tabla 1. Composición nutritiva de las hojas, vainas y semillas de la *M. oleifera*. Todos los valores fueron determinados a partir de 100 g de material vegetal [23], [24], [25].

Nutrientes	Hojas frescas	Hojas secas	Polvo de hojas	Semilla	Vainas
Calorías (cal)	92	329	205	-	26
Proteína (g)	6.7	29.4	27.1	35.97 ± 0.19	2.5
Grasa (g)	1.7	5.2	2.3	38.67 ± 0.03	0.1
Hidratos de carbono (g)	12.5	41.2	38.2	8.67 ± 0.12	3.7
Fibra (g)	0.9	12.5	19.2	2.87 ± 0.03	4.8
Vitamina B1 (mg)	0.06	2.02	2,64	0.05	0.05
Vitamina B2 (mg)	0.05	21.3	20.5	0.06	0.07
Vitamina B3 (mg)	0.8	7.6	8.2	0.2	0.2
Vitamina C (mg)	220	15.8	17.3	4.5 ± 0.17	120
Vitamina E (mg)	448	10.8	113	751.67 ± 4.41	-
Calcio (mg)	440	2185	2003	45	30
Magnesio (mg)	42	448	368	635 ± 8.66	24
Fósforo (mg)	70	252	204	75	110
Potasio (mg)	259	1236	1324	-	259
Cobre (mg)	0.07	0.49	0.57	5.20 ± 0.15	3.1
Hierro (mg)	0.85	25.6	28.2	-	5.3
Azufre (mg)	-	-	870	0.05	137

La *M. oleifera* ha tenido varios usos a lo largo del tiempo, se ha utilizado principalmente “como forraje, el néctar de flores en la miel y las semillas en polvo para la purificación del agua” [26]. En la actualidad las hojas de esta planta han tenido un auge importante en el consumo humano, sobre todo por la cantidad de nutrientes en su composición como se describió en la Tabla 1, en los últimos años se ha utilizado como “fuente alternativa de alimentos para combatir la malnutrición, especialmente entre niños y bebés” [27].

## 2.5 Métodos de caracterización

### Determinación del color

El color es una respuesta perceptiva mental al espectro visible de la luz reflejada o emitida por un objeto, así también, es considerado como un fenómeno muy complejo debido a que



su estimación depende principalmente de la composición del objeto en su entorno de iluminación, las características del ojo y el cerebro que perciben, así como también de los ángulos de iluminación y visión [28].

Para realizar la medición del color sobre un objeto o un alimento, es prescindible conocer con exactitud la composición espectral de la luz incidente. Para conocer esta información es necesario disponer de iluminantes normalizados. *Un iluminante es una fuente de luz definida por una potencia espectral relativa, la cual puede estar físicamente disponible como una fuente estándar de iluminación* [29]. Existen algunos factores que influyen en la captura del color de algún alimento [29]:

- El iluminante: simula instrumentalmente y de manera normalizada las condiciones naturales bajo las cuales se observa el color, la CIE (Commission Internationale de l'Éclairage) definió las series de iluminantes A, B, C, D y F, de los cuales la serie D (D50, D55, D65, D75) son los más representativos de la distribución espectral de la luz blanca y son los más utilizados en la actualidad.
- El espectro del color: este factor influye al incidir una radiación electromagnética sobre el alimento, para determinar la longitud de onda de la radiación absorbida. Al incidir la luz sobre un cuerpo sólido, líquido o gaseoso, se producen diferentes fenómenos ópticos como son: la difracción, dispersión, transmisión, reflexión, absorción. Se considera que la absorción de la luz es la que más influye en el color. Por lo tanto, los cuerpos son clasificados según la forma de interacción óptica con la luz en: transparentes (absorbe y refleja toda la luz - transmisión especular), translúcidos (absorbe la luz, pero no la refleja – transmisión difusa), opacos-mate (reflexión difusa) y opacos brillantes (reflexión especular).
- El observador: consiste en la percepción por el ojo humano, debido a la complejidad de la medición, puesto que el ojo percibe al mismo tiempo la luz incidente y la reflejada, por esta razón en la actualidad se utiliza una medida visual del color normalizada; el observador 10° estándar establecido por la CIE, el cual se considera el más representativo de como el ojo humano percibe el color.
- El entorno: se considera que el tamaño, la forma y el color de fondo sobre la cual se encuentra posicionada la muestra pueden ejercer un efecto considerable sobre el

contraste, modificando la sensación que produce un determinado color sobre el observador.

## Sistema CIE

### Espacio de color CIE $L^*a^*b^*$

Las coordenadas rectangulares  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  son magnitudes adimensionales utilizadas para describir y percibir el color de un objeto o alimento de tal manera como lo hace el ojo humano, determinando el color respecto a la posición en un espacio de color en tres dimensiones de un plano cartesiano [30] cómo se observa en la Figura 2. Las coordenadas colorimétricas de este espacio de color se representan por:  $L^*$  que es el atributo cuantitativo de la luminosidad relativa o claridad, siendo esta la propiedad según la cual cada color puede considerarse equivalente a un miembro de la escala de grises, puede tomar valores entre 0-negro y 100-blanco [31]. Las coordenadas colorimétricas que determinan la cromaticidad son:  $a^*$  (hacia el rojo valor positivo (+), hacia el verde valor negativo (-)) y  $b^*$  (hacia amarillo valor positivo (+), hacia el azul valor negativo (-)),  $C^*$  = croma (valores entre 0 a 150 para estímulos acromáticos) y  $h^*$  = tono (varía entre 0 y  $360^\circ$  y para los estímulos acromáticos ( $a^* = b^* = 0$ ) es una magnitud indefinida).

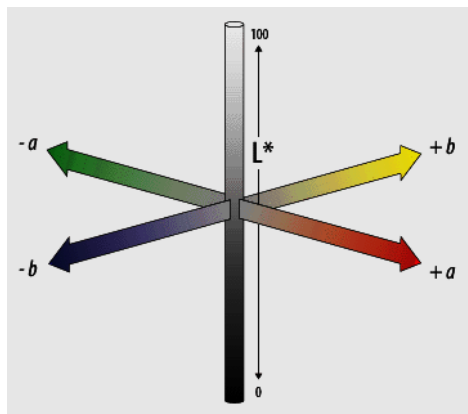


Figura 2. Coordenadas CIE  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  representadas en un espacio de color [32].

Dentro de la industria alimentaria, el color es identificado como una cualidad organoléptica importante que proporciona información básica de la calidad de un producto alimenticio, el cual es apreciado y percibido por medio del sentido de la vista. El color ha sido asociado con factores de calidad que funge como criterio para identificar la frescura, la madurez y la seguridad de un alimento, por lo tanto, este atributo sensorial es importante para la clasificación y selección de la mayoría de los productos alimenticios [28].

### **3. Antecedentes (estado del arte)**

---

#### **3.1 QFD en productos alimenticios.**

A partir de que la industria alimentaria adopta esta metodología se han producido importantes desarrollos de servicios y productos alimenticios. Sin embargo, a partir de los años 90 es que se han reportado publicaciones sobre estos desarrollos, de los cuales no todos profundizan en la descripción de la aplicación del QFD, algunos autores consideran que existe renuencia por parte de las empresas en compartir esta información importante, porque la consideran como una ventaja competitiva para sus compañías [33]. No obstante, en los trabajos registrados, se ha descrito el éxito obtenido por la aplicación metodología en el desarrollo de sus productos. En el trabajo de Vatthanakul S. [34], se empleó la metodología junto con otras técnicas para elaborar un nuevo producto a base de cáscaras de kiwi, aplicando encuestas y un panel de degustación con el objetivo de conocer las actitudes, preferencias y comportamiento de consumo del cliente. Para la aplicación del QFD se evaluaron dos matrices con la estructura de la casa de la calidad (de sus siglas en inglés House of Quality, HoQ), en la primera matriz las respuestas obtenidas de la encuesta se utilizaron como requerimientos del cliente, obteniendo como respuesta de la evaluación, las características de calidad: nutrición, sabor, textura, precio, empaque y apariencia. En la segunda matriz de HoQ el sabor, la textura y la apariencia fueron considerados como los requerimientos del producto que permitieron ser la información base para evaluar esta segunda matriz y así obtener los atributos descriptivos cuantitativos importantes del producto, siendo estos: la dureza, dulzura y sabor a frutas, elasticidad y masticabilidad. Sin embargo, la dulzura y la dureza fueron las especificaciones técnicas o atributos identificadas con mayor importancia para el desarrollo eficiente del producto. Estableciendo que, el jarabe de glucosa (para la dulzura) y la pectina (para el control de las características de textura), fueron los parámetros importantes del proceso a controlar para el cumplimiento de las especificaciones técnicas identificadas. Para encontrar las condiciones y parámetros óptimos del producto que cumplan con las NC y las características de diseño establecidas del producto, se desarrolló un proceso apropiado para producir la piel de kiwi con nueve formulaciones diferentes aplicando un diseño factorial  $3^2$ . A cada resultado obtenido se le aplicaron pruebas físicas, químicas y sensoriales para

optimizar la formulación, estas fueron: color ( $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ), resistencia a la tracción, contenido de humedad y prueba sensorial (gusto general).

Por su parte Cardoso J. F. [35], realizaron una propuesta de aplicación del QFD para desarrollar productos orgánicos (gelatina de fruta orgánica), construyendo un modelo conceptual de cuatro matrices: la casa de la calidad (HOQ), planificación de componentes, el proceso de planificación y la producción. El desarrollo de la HOQ fue realizado con una adaptación debido a que involucra a los miembros de la cadena productiva, con el propósito de realizar la evaluación de esta primera etapa, se aplicaron encuestas a un grupo seleccionado de consumidores, expertos y cadena productiva. Se utilizaron intervalos para especificar los valores requeridos del producto debido a la naturaleza de los ingredientes y del producto en general. La segunda matriz se realizó evaluando la calidad demandada vs. características de calidad, la tercera matriz proceso de producción vs. características de calidad y por último materias primas vs. características de calidad. Por otro lado, se recomienda crear un equipo multidisciplinario para garantizar la calidad del desarrollo y producto, en dicho trabajo los valores y parámetros de proceso obtenidos en las matrices no se probaron porque se trató de un trabajo piloto.

### **3.2 Coacervación compleja sobre polvos de productos alimenticios.**

Respecto a la aplicación del método para el recubrimiento de polvos de productos naturales, Sengupta y colaboradores [36], realizaron varias pruebas de coacervación, obteniendo partículas de tabaco revestidas por dos capas, la primera se formó por la mezcla vegetal y una o más proteínas en un medio de dispersión acuoso, las proteínas usadas fueron: gelatina porcina-tipo A, caseinato de sodio bajo en grasa (compañía estadounidense, Casein), aislado de soja (compañía Solae, Supro EX 38), lisozima de clara de huevo de gallina (Sigma, 99%), ovoalbúmina de clara de huevo de gallina (Sigma, 99%), beta-lactoglobulina (Davisco), proteína de suero de leche aislada (Bi Pro JE 365-5-420, Davisco), proteína procedente de tabaco (Philip Morris Company). Posteriormente para formar la segunda capa de coacervación, se añadió una o más pectinas de cáscara de cítricos-éster al 40% (CP Kelco Genu LM-18-CG), de manzana-6% de éster (Sigma), pectina éster amidada de grado bajo (Genu X-916-02 de CP Kelco, no estandarizada), pectina éster de grado bajo

(aproximadamente 40%) (Genu LM18 CG-Z de CP Kelco, no estandarizada), procedente de tabaco (no dializada, dializada y liofilizada), pectina éster al 40% (pectina de Genu LM-18-CG-Z) y  $\kappa$ -carragenano (FMC Biopolymers Gelcarin 911 NF).

Las partículas recubiertas fueron consideradas exitosas, debido a que se obtuvieron con las siguientes características: color marrón estético, polvo encapsulado con reducción de olor a tabaco, cápsulas con propiedades que reducen sensaciones fisiológicas desagradables en la boca, proporciona un sabor y una textura suave y cremosas que se combinan particularmente bien con otros ingredientes alimentarios, proporcionan una liberación de sabores relativamente lenta y controlada del material vegetal.

Por otro lado, Sánchez, F.M. y colaboradores [37], establecieron las condiciones de operación más influyentes en el proceso de coacervación compleja, para la encapsulación de partículas de brócoli usando gelatina como proteína y goma arábiga como polisacárido (1:1), con la finalidad de encontrar los valores óptimos de coacervación que permitieran obtener el mayor rendimiento de la encapsulación. Mediante un diseño experimental (Box-Behnken) y la metodología de superficie de respuesta (RSM) lograron establecer los valores óptimos de los parámetros estudiados, el pH se estableció en un valor de 4.5, la proporción de brócoli y el material de pared fue del 50% respectivamente y por último se encontró que la concentración ideal de las soluciones que forman el material de pared sería de 4%. Estos valores lograron obtener una eficiencia de encapsulación teórica y práctica del 60% y 58%, respectivamente. Después de la coacervación, las cápsulas fueron sometidas al proceso de liofilización para su posterior trituración para obtener un polvo de brócoli encapsulado. Como resultado de dicha investigación se obtuvieron partículas revestidas que permitieron mantener el contenido de clorofila y enmascaramiento del olor característico del vegetal.

### **3.3 *Moringa oleifera* en productos alimenticios.**

La *M. oleifera* es considerada una de las plantas con alto contenido nutricional, por esta razón en los últimos años se han utilizado principalmente las hojas para fortificar alimentos. Por ejemplo, Bourekoua H. [38], realizó un estudio para evaluar el efecto que provocaba en las propiedades físicas, sensoriales y antioxidantes al incorporar PHMO en la producción de pan sin gluten. Se realizaron pruebas con cuatro formulaciones reemplazando ingredientes (sémola

de arroz y frijol de campo) con 2.5, 5.0, 7.5 y 10 % de polvo de *M. oleifera* respectivamente, así también se preparó la formulación sin *M. oleifera* para realizar la comparación. Las pruebas fisicoquímicas y sensoriales realizadas a los productos obtenidos, mostraron que los panes sin gluten con un nivel de incorporación de polvo de *M. oleifera* mayor al 2.5% tenían características físicas pobres, por ejemplo: volumen específico bajo y una textura compacta, en comparación con la muestra del pan sin gluten. Los resultados de la evaluación sensorial demostraron que el 2.5% del polvo de *M. oleifera* fue el nivel más alto de aceptación en la mezcla del pan sin gluten, en cuanto a sabor, aroma, textura y aceptabilidad en general. Sin embargo, otro de los resultados importantes obtenidos indicó que la adición de MLP al pan sin gluten mejora su calidad nutricional.

Así también Zungu N. y colaboradores [39], elaboraron tortillas tostadas (chips) suplementadas con PHMO, utilizando una composición base de 50% de harina de trigo y 50% de harina de maíz, sobre dicha composición se realizaron formulaciones para sustituir con PHMO un porcentaje de la mezcla incorporando niveles de sustitución de 0, 1, 3 y 5%. El análisis físico y sensorial de las chips fortificadas arrojaron resultados positivos en cuanto a su composición nutricional, sin embargo, a medida que aumentaba el nivel de sustitución con polvo de *M. oleifera* las propiedades organolépticas y por lo tanto la aceptación disminuyó. El estudio demostró una aceptación prometedora al incorporar 1% de PHMO en la elaboración de las chips.

## 4. Metodología experimental

### 4.1 Adaptación del QFD para la producción de *M. oleifera* microencapsulada

El proceso metodológico del QFD, permite realizar el análisis estructurado de las necesidades o requisitos de un consumidor, con el propósito de desarrollar un producto específico que satisfaga dichas necesidades. Se han encontrado estudios que afirman la necesidad de realizar adaptaciones en el QFD para el desarrollo de productos alimenticios, debido a la naturaleza de los componentes del producto [34] [40]. Con base en estos antecedentes, la presente investigación propone el diseño de 3 matrices, realizando una adaptación pertinente para obtener cápsulas portadoras de PHMO que cumplan con los requisitos del cliente. Cabe mencionar que la última fase de la metodología original, dirigida a la producción, no se aplicará dado que la investigación se desarrolló y aplicó a nivel laboratorio. La Figura 3, muestra la estructura de las matrices utilizadas en el desarrollo del QFD para la obtención de cápsulas portadoras de PHMO. A continuación, se describen las matrices a desarrollar en esta investigación:

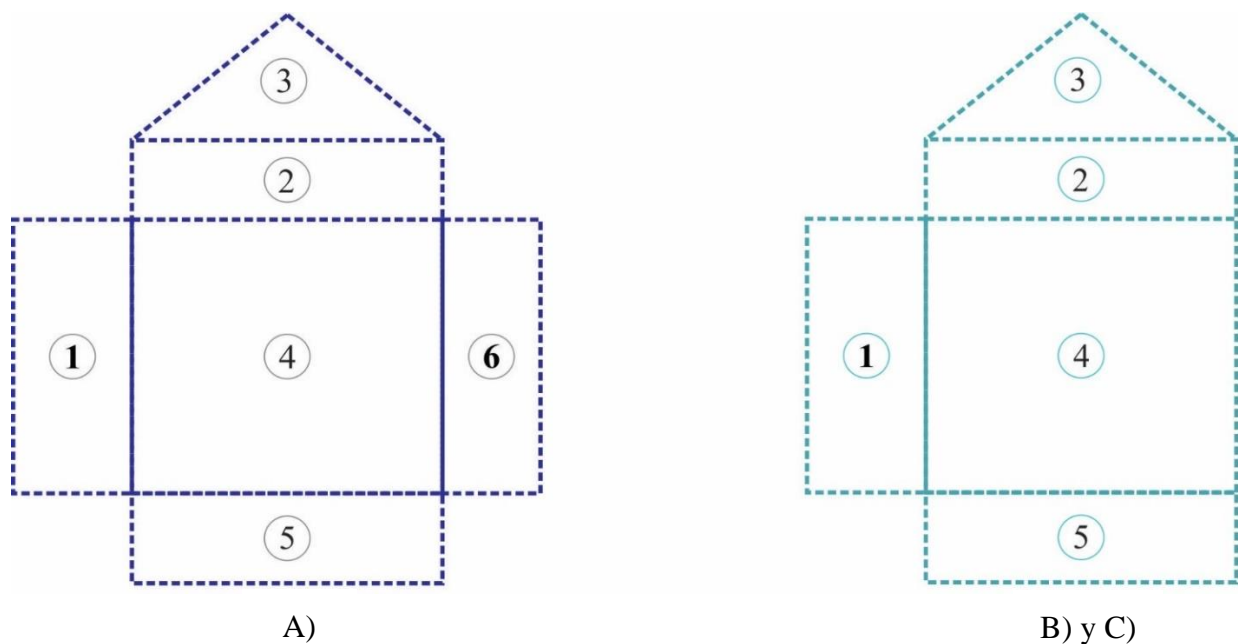


Figura 3. Estructura de las matrices utilizadas en el desarrollo del QFD. A) Fase 1- La casa de la calidad, B) Fase 2- Parámetros cuantificables del producto y C) Fase 3- Parámetros determinantes del proceso.

#### 4.1.1 La casa de la calidad (Primera Matriz)

El análisis y comprensión de las NC se efectúan en esta primera fase del QFD, la evaluación de la matriz consiste en determinar y evaluar la información en cada una de las 6 secciones principales de la casa, con el propósito general de traducir las NC a especificaciones técnicas del producto, las cuales serán necesarias para el desarrollo del mismo. A continuación, se describen cada una de las secciones [40], [41]:

1. **QUE's (La voz del cliente):** Se colocan las necesidades primordiales del cliente identificadas previamente en las entrevistas y discusiones directas con el cliente. Posteriormente se utiliza identificar la importancia de cada de las necesidades, utilizando una escala de ponderación de 1 a 5, en donde 5 representa la más alta prioridad y 1 la más baja. Una vez establecida esta importancia se procede a calcular la importancia relativa ( $Ir$ ) de cada necesidad del cliente mediante la siguiente formula:

$$Ir = \frac{I}{\sum_{i=1}^n IN_i} \times 100 \quad (1)$$

El valor de  $IN$  es la importancia ponderada de cada necesidad del cliente,  $i = 1, \dots, n$  ( $n$  es el número de necesidades identificadas).

2. **COMO's (Características técnicas):** En este apartado se establecen las especificaciones o parámetros técnicos medibles que se encuentran directamente relacionados con el cumplimiento de las NC. Dichos parámetros serán usados de manera objetiva en el desarrollo y medición de la calidad del producto final.
3. **Techo de correlación técnica:** En este apartado se denota y analiza el efecto de cambio que provocan entre si cada una de las CT, en cuanto a su eficiencia o desempeño. El propósito es siempre crear soluciones que favorezcan el cumplimiento de las NC. Para realizar el análisis de correlación es necesario el conocimiento y criterio del equipo de desarrollo, así como también la siguiente escala de medición en donde: ++ (correlación fuerte positiva), + (correlación positiva), — (correlación negativa) y ▼ (correlación fuerte negativa).



4. **Sala de correlación:** basado en la experiencia y conocimientos del equipo de desarrollo, se analiza la relación que existe entre cada necesidad del cliente y especificación técnica, para determinar el impacto entre cada una de ellas. Dicho análisis basa su importancia y complejidad al mostrar el cumplimiento de las NC con las CT establecidas. Así también, en esta sala se puede identificar si alguna necesidad del cliente no está siendo cubierta por alguna característica técnica, esto se indica con filas vacías. Se utiliza una escala de medición establecida, en donde:

Relación fuerte = 9 o  $\Theta$

Relación moderada = 3 o  $\bigcirc$

Relación débil = 1 o  $\blacktriangle$

Ninguna relación = (0 o dejar en blanco)

Por la tanto, cada posición de la cuadrícula tendrá un valor correspondiente a

$R_{ij} = \{0, 1, 3 \text{ o } 9\}$ .

En donde:

$R_{ij}$  = Intensidad de relación

5. **Propiedades técnicas (objetivos):** en esta sala se registra la información técnica del producto a desarrollar, indicando los valores y las unidades de cada característica técnica. Para esta investigación se utilizarán intervalos de unidades y valores debido a la naturaleza del producto a desarrollar.

El valor de la importancia de cada característica técnica ( $IC$ ), según la contribución o correlación con cada necesidad del cliente se calcula de la siguiente forma:

$$IC_j = \sum_i^n (Nc_i \times CT_{ij}) \quad (2)$$

El valor de  $Nc$  es la importancia relativa de cada necesidad del cliente,  $CT$  es la importancia relativa de cada característica técnica,  $i = 1, \dots, n$  ( $n$  es el número de necesidades del cliente identificadas),  $j = 1, \dots, n$  ( $n$  es el número características técnicas identificadas).

6. **Planificación estratégica:** en este último apartado se realiza una comparación entre el producto a desarrollar contra productos existentes en el mercado, con la finalidad de conocer el nivel de satisfacción de las NC determinadas en el proyecto, así también para identificar las ventajas y desventajas entre cada uno de los productos. Para

evaluar cada necesidad se utiliza una escala ponderada, en donde: 1 significa que el producto no satisface estos requerimientos y 5 significa que el producto los satisface perfectamente.

#### **4.1.2 Parámetros cuantificables del producto (Segunda Matriz)**

Con base en las CT con mayor importancia relativa identificadas en la matriz anterior, las cuales brindan un aporte significativo en el cumplimiento de las NC, en esta segunda fase, se utilizan como base para determinar los parámetros cuantificables del producto. La estructura y protocolo de desarrollo de esta matriz es parecida a la de HOQ, sin embargo, en esta matriz no se evalúa la sección 6. A continuación, se describen cada una de las secciones:

1. **QUE's (características técnicas):** Se colocan las CT que provienen del área 2 de la primera matriz, que tienen mayor importancia para el cumplimiento de las NC (la selección se realiza a criterio y análisis del equipo de desarrollo).
2. **COMO's (Parámetros cuantificables del producto):** En este apartado se establecen los parámetros cuantificables que serán necesarios evaluar en el producto final, para medir la calidad y rendimiento de este.

Las siguientes secciones (3, 4 y 5) se evalúan usando el mismo protocolo de desarrollo que la matriz de la casa de la calidad, solo es necesario adaptar la información correspondiente a esta matriz.

#### **4.1.3 Parámetros determinantes del proceso (Tercera Matriz)**

Los parámetros cuantificables del producto considerados con mayor importancia relativa y seleccionados en la matriz anterior, son la base para desarrollar esta última matriz, estos permiten identificar los parámetros específicos del proceso que se necesitan controlar en la producción del producto. La estructura y protocolo de desarrollo de esta matriz es la misma que la matriz anterior (Determinación de parámetros cuantificables del producto). A continuación, se describe el desarrollo de las secciones:

1. **QUE's (parámetros cuantificables del producto):** Se colocan los parámetros cuantificables del producto que tienen mayor importancia para el cumplimiento de las NC (la selección se realiza a criterio y análisis del equipo de desarrollo).

2. **COMO's (Parámetros del proceso):** En este apartado se establecen los parámetros del proceso que serán necesarios controlar durante el proceso de producción de las cápsulas portadoras de PHMO con el propósito de obtener un producto final que satisfaga las NC.

Las siguientes secciones (3, 4 y 5) se evalúan usando el mismo protocolo de desarrollo que la matriz de la casa de la calidad, solo es necesario adaptar la información correspondiente a esta matriz.

#### **4.1.3.1 Proceso de encapsulación de PHMO**

Para la formación de la cápsula, se emplearon polímeros de marca comercial alimenticia: la Gelatina (G) marca Gelita mezcla tipo A – tipo B, con Blomm 280-310 (correspondiente a un peso molecular entre 77-93 KDa), la Goma Xantana (G555) distribuida por Cedrosa con peso molecular mayor a 1000 kDa y la Carboxi-Metil-Celulosa de alta viscosidad (CMC) marca DEIMAN<sup>®</sup> con peso molecular entre 90 y 700 kDa.

Los indicadores más relevantes a evaluar durante el proceso de coacervación, serán determinados como resultado de la evaluación de la tercera matriz del QFD y sus rangos de evaluación fueron tomados de los trabajos presentados en el estado del arte. El proceso de coacervación, para cada conjunto de valores de los parámetros establecidos, se produjo modificando las cargas poliméricas mediante el ajuste del pH, empleando ácido cítrico y/o hidróxido de sodio (distribuidos por Sigma) según fuera requerido. La coacervación se realizó en medio acuoso con agua purificada por osmosis inversa. El proceso se realizó en el Laboratorio de Materiales, Interfases y Fluidos (MIF) de la UTM, utilizando un potenciómetro medidor de pH (pH-metro 200 HM Digital) y un agitador magnético Zeigen. Dicho proceso se efectuó siguiendo los siguientes pasos generales:

1. Adicionar la solución de gelatina correspondiente.
2. Ajustar la solución de gelatina al valor de pH objetivo.
3. Adicionar y mezclar bajo agitación magnética el PHMO en la solución de gelatina.
4. Ajustar la mezcla al valor de pH objetivo.

5. Adicionar bajo agitación magnética y a temperatura ambiente la solución del polisacárido correspondiente.
6. Verificar el valor de pH de la mezcla y reajustar al valor objetivo si es necesario.
7. Mantener el coacervado bajo agitación magnética durante 15 min para permitir la formación completa del coacervado.
8. Detener la agitación y filtrar el PHMO microencapsulado.
9. Secar el coacervado filtrado.
10. Pesar el coacervado seco.

Las muestras secadas en estufa fueron trituradas en molino eléctrico marca BELLA® 13330 (XJ-11401B1) y almacenadas en bolsas de cierre hermético al resguardo de la luz, para realizar a posteriori las pruebas y cálculos correspondientes a la caracterización.

#### **4.1.3.2 Técnicas de secado para el PHMO microencapsulado**

##### **Secado por aspersion**

El proceso de secado de uno de los productos, se realizó por la técnica por aspersion, el cual fue realizado por el personal del Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca (CIIDIR Oaxaca) en un secador en spray marca MINOR® mobile, con una velocidad de flujo de un litro por hora, con una temperatura de inyección de 120°C y de flujo de aire de 70°C. Para realizar el secado se entregó la muestra coacervada con un 40% de sólidos totales según su restricción de operación.

##### **Secado por estufa**

El secado de las microcápsulas de PHMO se realizó con la ayuda de la cámara de calor y de secado Modelo FD 115-UL perteneciente al Laboratorio Minero Metalúrgico de la UTM. El proceso de secado se efectuó a una temperatura de 70 °C durante 5 horas.

## **4.2 Caracterización fisicoquímica**

Las pruebas de caracterización de los productos se realizaron por duplicado, orientando los análisis fisicoquímicos a cuatro especificaciones consideradas claves para el empleo de la *M. oleifera* como producto o complemento alimenticio y como materia prima. Los porcentajes

de proteína cruda y de cenizas, los cuales garantizan el aporte nutritivo de las hojas de *M. oleifera*, el color, que forma parte de los parámetros sensoriales que podrían generar niveles de rechazo en la presentación del alimento y el porcentaje de humedad del polvo, parámetro que permitirá garantizar su desempeño en el mezclado como ingrediente en la formulación.

#### **4.2.1 Determinación de proteína cruda, porcentaje de humedad y cenizas**

La determinación de proteína cruda, el porcentaje de humedad y cenizas se realizó por el personal del Laboratorio de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la UTM según los métodos estandarizados de la AOAC (Association of Official Analytical Chemists): 954.01, 925.09 y 923.03, respectivamente para cada análisis.

#### **4.2.2 Cuantificación del color**

En esta investigación se usaron los sistemas de medición de color desarrollados por la CIE (Comisión Internationale de l'Éclairage). Las mediciones de las coordenadas colorimétricas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  del espacio de color CIELAB para la determinación del color del PHMO sin encapsular y microencapsulado en seco, fueron posibles con ayuda del colorímetro CR-5 (Konica Minolta ®) perteneciente al Laboratorio de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la UTM, algunos de los parámetros de operación de este equipo que se utilizaron para realizar las mediciones de color fueron: Lámpara de xenón pulsante (filtro corte UV) como fuente de luz, el área de medición fue de 30 mm, observado estándar reflectancia especular excluida a  $10^\circ$ , iluminante de luz de día (CIE-D65) y un blanco de referencia.

Para calcular la diferencia o cambio de color en unidades de CIELAB entre las muestras y el blanco de referencia, se aplicó la siguiente fórmula [29]:

$$\Delta E = \{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2\}^{0.5} \quad (3)$$

En donde:

$\Delta L^*$  = Diferencia del valor de luminosidad entre la muestra y la referencia.

$\Delta a^*$  = Diferencia del valor de la coordenada de rojo – verde ( $a^*$ ) entre la muestra y la referencia.

$\Delta b^*$  = Diferencia del valor de la coordenada de amarillo – azul ( $b^*$ ) entre la muestra y la referencia.

### **4.2.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM)**

La Microscopía Electrónica de Barrido SEM por sus siglas en inglés (Scanning Electron Microscopy) es una técnica que produce imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra. Las imágenes se generan sondeando la muestra con un haz de electrones enfocado de alta energía que se escanea a través de la muestra en un patrón de exploración. El haz de electrones interactúa con la superficie de la muestra para producir señales que contienen información sobre la topografía de la superficie de la muestra y el rasgo característico [42]. Las micrografías de las muestras del PHMO tomadas en el SEM, fueron realizadas por el Laboratorio de Microscopía Electrónica de la UTM, previa desecación de las muestras durante 12 horas. El análisis se realizó en modo de alto vacío (HV), con un voltaje de aceleración de 10 kV, empleando el detector de Electrones Secundarios de bajo vacío (LVSTD) y el detector de electrones secundarios (SE). Las micrografías fueron capturadas a una distancia de trabajo (WD) entre 10 y 10.5 mm.

### **4.2.4 Rendimiento de la coacervación**

El rendimiento ( $y$ ) de la coacervación se definió como la proporción de masa coacervada obtenida, respecto a la masa total utilizada del núcleo y pared al inicio de la encapsulación. Para calcular dicho rendimiento se utiliza la siguiente ecuación [43] [44]:

$$y = \frac{w_1}{w_2} \times 100\% \quad (4)$$

**En donde:**

$w_1$  = peso de las cápsulas obtenidas.

$w_2$  = peso inicial de los materiales de núcleo y pared utilizados.

## **5. Resultados**

---

En el presente apartado se describen de manera secuencial los resultados obtenidos que permitieron dar cumplimiento al objetivo general de esta investigación. En primer lugar, se

presenta la información resultante de la aplicación del QFD, por medio de la cual se logró identificar y establecer las condiciones, parámetros y etapas del proceso específico requeridas para la obtención de PHMO encapsulado a nivel laboratorio. Para corroborar lo obtenido por el QFD, en segundo lugar, se realizaron pruebas experimentales, mediante las cuales se consiguió establecer los rangos de valores específicos de los parámetros y condiciones del proceso de encapsulación. Para identificar el valor específico de cada parámetro que permitieron conseguir el mayor porcentaje de polvo encapsulado y el cual cumplió con los requerimientos del cliente, en tercer lugar, fue necesario realizar el ajuste de los datos obtenidos de los barridos unidimensionales de los dos parámetros más influyentes (pH y composición polimérica) para los dos pares de polímeros evaluados, realizando este ajuste por medio del método de mínimos cuadrados.

En cuarto lugar, los valores de los parámetros y las condiciones con las que se lograron obtener los mejores resultados del polvo encapsulado fueron la información principal para establecer y registrar el proceso específico de encapsulación de PHMO a nivel laboratorio. Por último, se presenta la información obtenida de la caracterización del PHMO microencapsulado, la cual confirma la eficiencia de la cápsula y el cumplimiento con los requerimientos del cliente.

## **5.1 Desarrollo de la Metodología QFD**

El análisis y desarrollo del QFD aplicado para establecer las condiciones, parámetros y etapas del proceso específico para la producción a nivel laboratorio de PHMO encapsulado, se realizó mediante la ejecución de dos etapas (iteraciones) de desarrollo del QFD. En la primera iteración se aplicó solo la primera fase de la metodología (casa de la calidad), como resultado de algunos cambios surgidos en el proceso de producción del cliente. Dichos cambios requirieron del desarrollo de la segunda iteración del QFD, en esta iteración se aplicaron las 3 primeras fases de la metodología, con la finalidad de dilucidar la implementación de las cápsulas y lograr el desarrollo del producto solicitado. En la Figura 4, se presenta un esquema general en donde se muestran las iteraciones y las fases que fue necesario aplicar durante el proceso de desarrollo de la metodología del QFD para el desarrollo de PHMO microencapsulado.

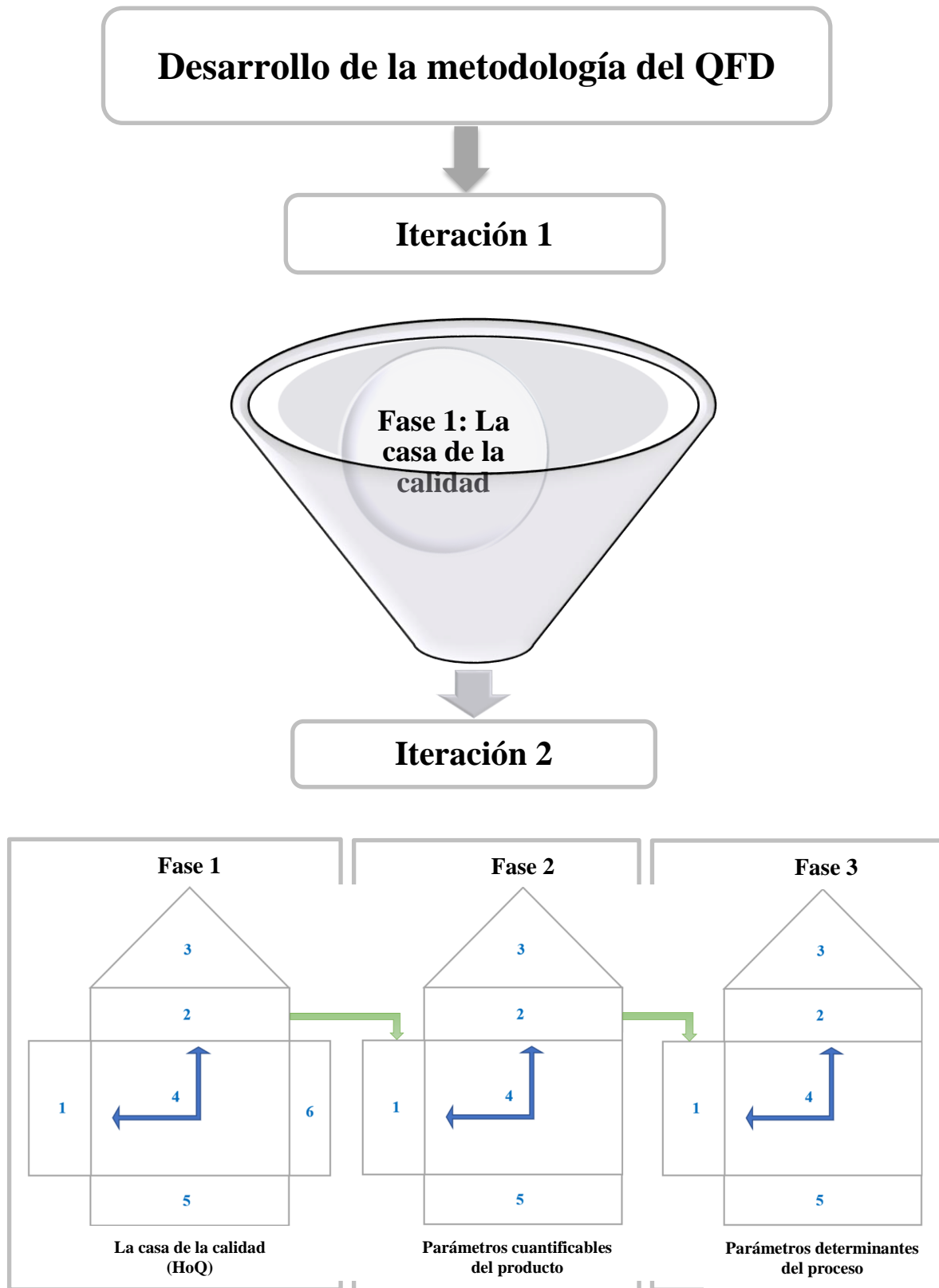


Figura 4. Esquema general del proceso de aplicación del QFD para la obtención de PHMO a nivel laboratorio.



## 5.1.1 Primera iteración del QFD

### Identificación y descripción del cliente

Un grupo de investigadores del Laboratorio de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la UTM fue el cliente directo para esta investigación, quienes solicitaron el desarrollo de cápsulas portadoras de PHMO, como un subproducto a utilizar en la producción de hojuelas de cereal fortificadas con *M. oleifera*.

La necesidad de encontrar una forma diferente de incorporación del PHMO para la fortificación de alimentos, surge como consecuencia de pruebas y análisis realizados por el cliente, en donde determinan que la incorporación directa de la harina de *M. oleifera* resulta ser un obstáculo para obtener un producto con buenas características y propiedades sensoriales. Por esta razón el equipo de desarrollo de la presente investigación realiza una propuesta que permitirá dar una posible solución al cliente.

#### 5.1.1.1 Fase 1: La casa de la calidad

Durante las primeras interacciones con el cliente, se identificaron necesidades de un producto solicitado que exponía requerimientos como resultado de su incorporación en un producto alimenticio final. Por lo tanto, se determinó diseñar y producir cápsulas con un nivel de humedad lo más alto posible. Tomando en consideración este requerimiento general, expresado por el cliente, se realizó la primera iteración del análisis del QFD. Las Figuras 5 y 6, describen el resultado de la matriz desarrollada en la iteración 1, llamada: Planeación del producto, en la cual el procedimiento de desarrollo se basó en la aplicación de la “casa de la calidad”.

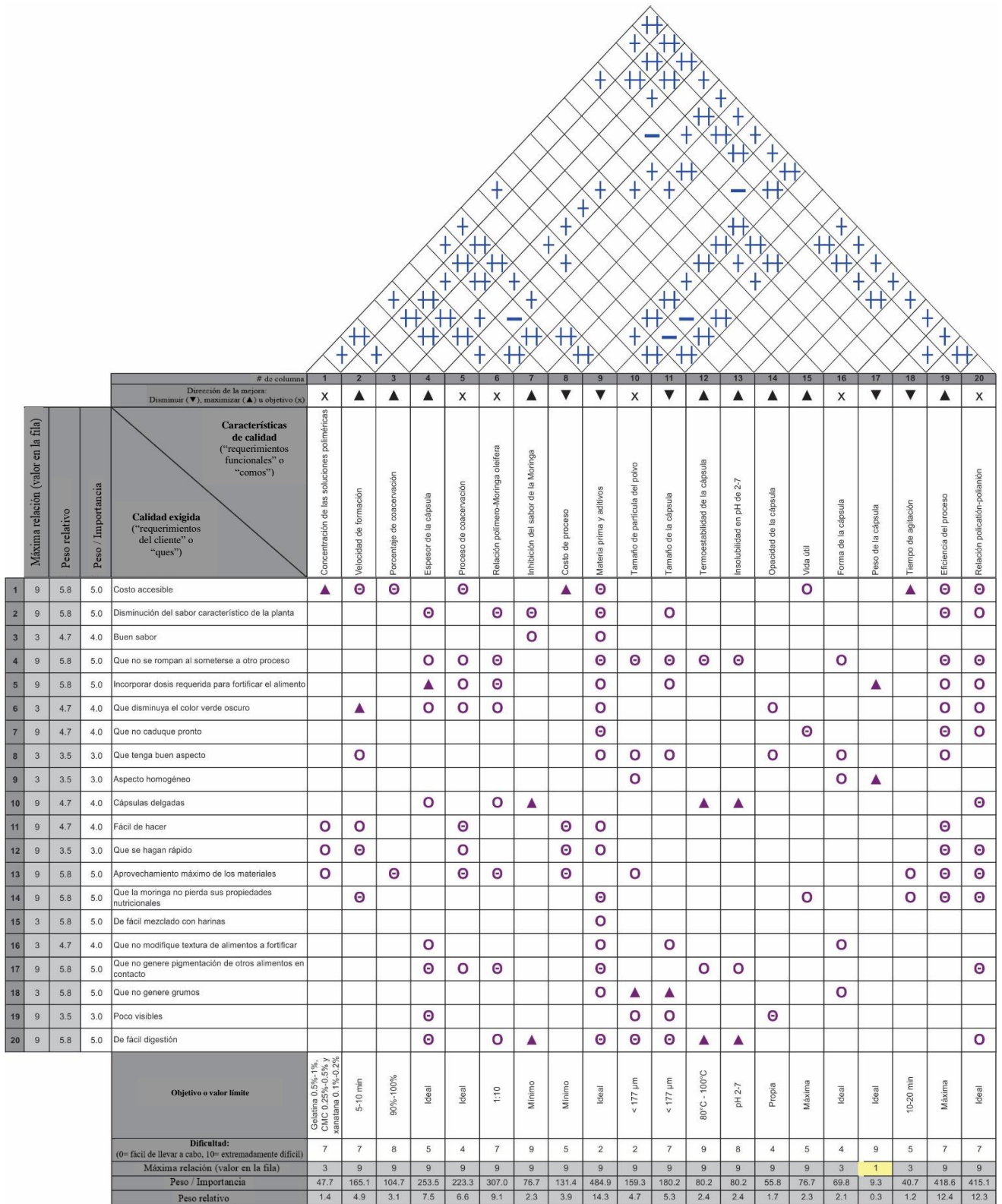


Figura 5. Resultado de los apartados del 1 al 5 correspondientes a la Fase 1: La casa de la calidad, respectiva a la iteración 1.

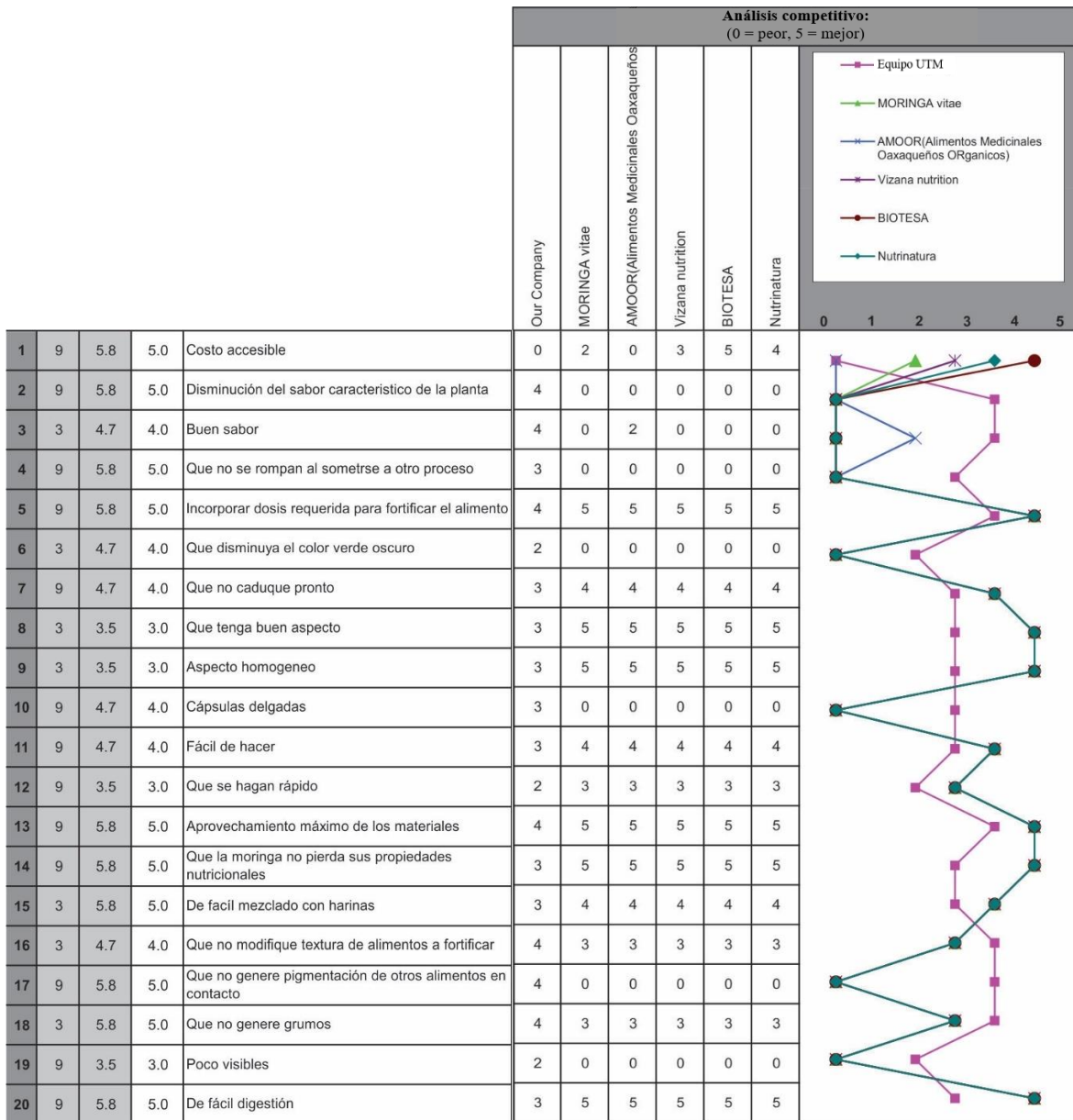


Figura 6. Resultado del apartado 6 correspondientes a la Fase 1: La casa de la calidad, respectiva a la iteración 1.

La información resultante en cada sección de la casa se describe a continuación:

1. **Primera sección:** se identificaron y enumeraron las necesidades expresadas directamente e indirectamente por el cliente, las cuales fueron obtenidas por entrevistas y reuniones. Posteriormente, éstas fueron analizadas junto con el cliente para determinar su importancia, usando una escala en donde, 5 tuvo la más alta prioridad y 1 la más baja. Las necesidades que resultaron tener mayor importancia

para el desarrollo de las cápsulas portadoras de PHMO fueron: costo accesible, disminución del sabor característico de la planta, que no se rompan al someterse a otro proceso, incorporar dosis requerida para fortificar el alimento, aprovechamiento máximo de los materiales, que la *M. oleifera* no pierda sus propiedades nutricionales, de fácil mezclado con harinas, que no genere grumos y de fácil digestión. Sin embargo, se consideró necesario utilizar todos los requerimientos expresados para identificar el mayor número de CT que permitirían satisfacer dicho producto demandado. Posteriormente, se calculó la importancia relativa correspondiente a cada necesidad del cliente, el cálculo de este valor se obtuvo dividiendo el valor de cada importancia ponderada sobre la sumatoria de los mismos valores y el resultado se multiplicó por 100. A continuación, se muestra un ejemplo de cómo se obtuvo el valor de la importancia relativa para la primera necesidad del cliente (costo accesible).

$$Ir = \frac{5}{86} \times 100 = 5.81$$

2. **Segunda sección:** en este apartado los requerimientos del cliente seleccionados fueron traducidos a CT específicas, las cuales dan posibles respuestas a cada una de las NC. Por ejemplo, velocidad de formación de las cápsulas, porcentaje de coacervación, termoestabilidad de las cápsulas, insolubilidad en pH de 2-7, eficiencia del proceso, entre otras, son algunas CT establecidas para lograr producir las cápsulas solicitadas por el cliente. Así también, cada una fue analizada para identificar su dirección de mejora (maximizar, minimizar o valor objetivo) para garantizar su eficiencia en el desarrollo del producto.
3. **Tercera sección:** al realizar la correlación entre cada una de las CT, se logró identificar que la variación de cada una de éstas, afecta positivamente a la mayoría, a excepción del costo del proceso que se ve afectado negativamente (incremento del costo) por el tiempo de agitación y por el proceso de coacervación. Así también, el peso de la cápsula se ve afectado negativamente por su espesor.
4. **Cuarta sección:** usando la escala de ponderación en donde:

Relación fuerte = 9 o  $\Theta$

Relación moderada = 3 o O

Relación débil = 1 o ▲

Ninguna relación = (dejar en blanco)

Se logró cuantificar la intensidad de la relación que tiene cada necesidad del cliente con cada característica de calidad, identificando con esto que todos los requerimientos del cliente expresados se encuentran cubiertos o relacionados con las CT establecidas. Sin embargo, se pudo distinguir a 3 CT que tienen relación con la mayoría de las NC, siendo estas: Materia prima y aditivos, relación polimerización – polimerización y eficiencia del proceso.

5. **Quinta sección:** en este apartado se inició estableciendo los rangos de valores objetivos a alcanzar de cada una las CT, los cuales ayudaron a evaluar la aceptación de los resultados obtenidos del PHMO encapsulado. Estos valores fueron establecidos principalmente para las CT consideradas de posible medición y determinación según los medios con los que se contó. Posteriormente, se calculó la importancia de cada característica técnica según su contribución o correlación con cada requerimiento del cliente. El cálculo de este valor se obtuvo de la sumatoria de la multiplicación de la importancia relativa de cada requerimiento del cliente por el valor ponderado de cada característica técnica.

Por ejemplo, la importancia para la primera característica técnica establecida en la matriz (concentración de las soluciones poliméricas) se obtuvo de la siguiente manera:

$$I_1 = (1*5.8) + (3*4.7) + (3*3.5) + (3*5.8)$$

$$I_1 = 47.8$$

Los valores de la importancia de cada CT calculados posibilitaron identificar algunas CT con mayor importancia para el desarrollo del PHMO encapsulado, esto según los valores máximos de los obtenidos, siendo estas: materia prima y aditivos, eficiencia del proceso, relación polimerización – polimerización y relación polímero – *M. oleifera*. Así también, dichos valores altos, permitieron al equipo de desarrollo identificar las CT útiles en la evaluación de la siguiente fase del QFD.

6. **Sexta sección:** con las características de los productos existentes en el mercado se pudo realizar la comparación de estos productos con el PHMO encapsulado a desarrollar, utilizando la escala de ponderación establecida (1 el producto no satisface

los requerimientos y 5 el producto los satisface perfectamente) se pudo esclarecer su posible grado de aceptación, en virtud de pretender que el PHMO encapsulado logre cubrir mejor las NC en comparación con los otros productos ya desarrollados. En la siguiente Tabla 2 se describen los productos utilizados en dicho análisis.

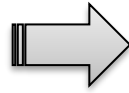
Tabla 2. Descripción de los productos de PHMO existentes en el mercado [45], [46], [47].

Producto	Descripción
	Producto: polvo Presentación del producto: 100 g Precio: \$ 150.00 Productor: Moringa Vitae Lugar: Allende, Nuevo León
	Producto: polvo Presentación del producto: 100 g Precio: \$ 190.00 Productor: Amoor mixteco Lugar: Huajuapán de León, oax.
	Producto: polvo Presentación del producto: 100 g Precio: \$ 112.00 Productor: Vizana nutrition Lugar: internacional, venta en línea
	Producto: polvo Presentación del producto: 150 g Precio: \$ 135.00 Productor: Biotesa Lugar: Axochiapan, Morelos, México
	Producto: polvo Presentación del producto: 150 g Precio: \$ 160.00 Productor: Nutrinatura Lugar: Hidalgo, CDMX. México

En la Tabla 3, se detalla en forma de lista la información generada en esta primera matriz, identificadas como entradas y salidas de la evaluación. Cabe mencionar que el objetivo de esta fase fue obtener información técnica que permitiera cubrir las necesidades expresadas por el cliente.

Tabla 3. Resumen de la información de entrada y salida de la evaluación de la primera matriz del QFD, iteración 1.

<b><u>Entradas</u></b> <b>Requerimientos del cliente</b>	<b><u>Salidas</u></b> <b>Características técnicas del producto</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Costo accesible</li> <li>→ Disminución del sabor característico de la planta</li> <li>→ Buen sabor</li> <li>→ Que no se rompan al someterse a otro proceso</li> <li>→ Incorporar dosis requerida para fortificar el alimento</li> <li>→ Que disminuya el color verde oscuro</li> <li>→ Que no caduque pronto</li> <li>→ Que tenga buen aspecto</li> <li>→ Aspecto homogéneo</li> <li>→ Cápsulas delgadas</li> <li>→ Fácil de hacer</li> <li>→ Que se hagan rápido</li> <li>→ Aprovechamiento máximo de los materiales</li> <li>→ Que la <i>M. oleifera</i> no pierda sus propiedades nutricionales</li> <li>→ De fácil mezclado con harinas</li> <li>→ Que no modifique textura de alimentos a fortificar</li> <li>→ Que no genere pigmentación de otros alimentos en contacto</li> <li>→ Que no genere grumos</li> <li>→ Poco visibles</li> <li>→ De fácil digestión</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>→ Concentración de las soluciones poliméricas</li> <li>→ Velocidad de formación</li> <li>→ Porcentaje de coacervación</li> <li>→ Espesor de la cápsula</li> <li>→ Proceso de coacervación</li> <li>→ Relación polímero-<i>M. oleifera</i></li> <li>→ Inhibición del sabor de la <i>M. oleifera</i></li> <li>→ Costo de proceso</li> <li>→ Materia prima y aditivos</li> <li>→ Tamaño de partícula del polvo</li> <li>→ Tamaño de la cápsula</li> <li>→ Termoestabilidad de la cápsula</li> <li>→ Insolubilidad en pH de 2-7</li> <li>→ Opacidad de la cápsula</li> <li>→ Vida útil</li> <li>→ Forma de la cápsula</li> <li>→ Peso de la cápsula</li> <li>→ Tiempo de agitación</li> <li>→ Eficiencia del proceso</li> <li>→ Relación polimerización-polianión</li> </ul>



La constante comunicación y retroalimentación con el equipo de investigación considerado como cliente, permitió esclarecer que el producto a desarrollar debería satisfacer requerimientos como materia prima en su producto final. Por lo tanto, esto facultó trabajar junto con el cliente para identificar y seleccionar de la matriz anterior las necesidades más importantes que deberían cumplir las cápsulas como materia prima de su producto. Una vez que el cliente logró establecer su formulación y sus condiciones de trabajo, solicitó que su materia prima (cápsulas portadoras de PHMO) debería contener el nivel más bajo de

humedad posible. Tomado en cuenta este requerimiento principal establecido por el cliente, se desarrolló y diseñó la segunda iteración para obtener PHMO encapsulado.

A continuación, se describe el desarrollo de cada una de las fases del QFD correspondientes a la segunda iteración, las cuales permitieron producir polvo de hojas de *M. oleifera* encapsulado.

## **5.1.2 Segunda iteración del QFD**

### **5.1.2.1 Fase 1: La casa de la calidad**

En esta segunda iteración no fue necesario realizar la identificación y descripción del cliente puesto que se efectuó este procedimiento en la iteración 1 y tomando en cuenta que se continúa trabajando con el mismo cliente. La Figura 7, presenta la información obtenida de la evaluación y desarrollo de la primera matriz correspondiente a esta segunda iteración, mostrando el resultado obtenido en cada apartado de la casa.



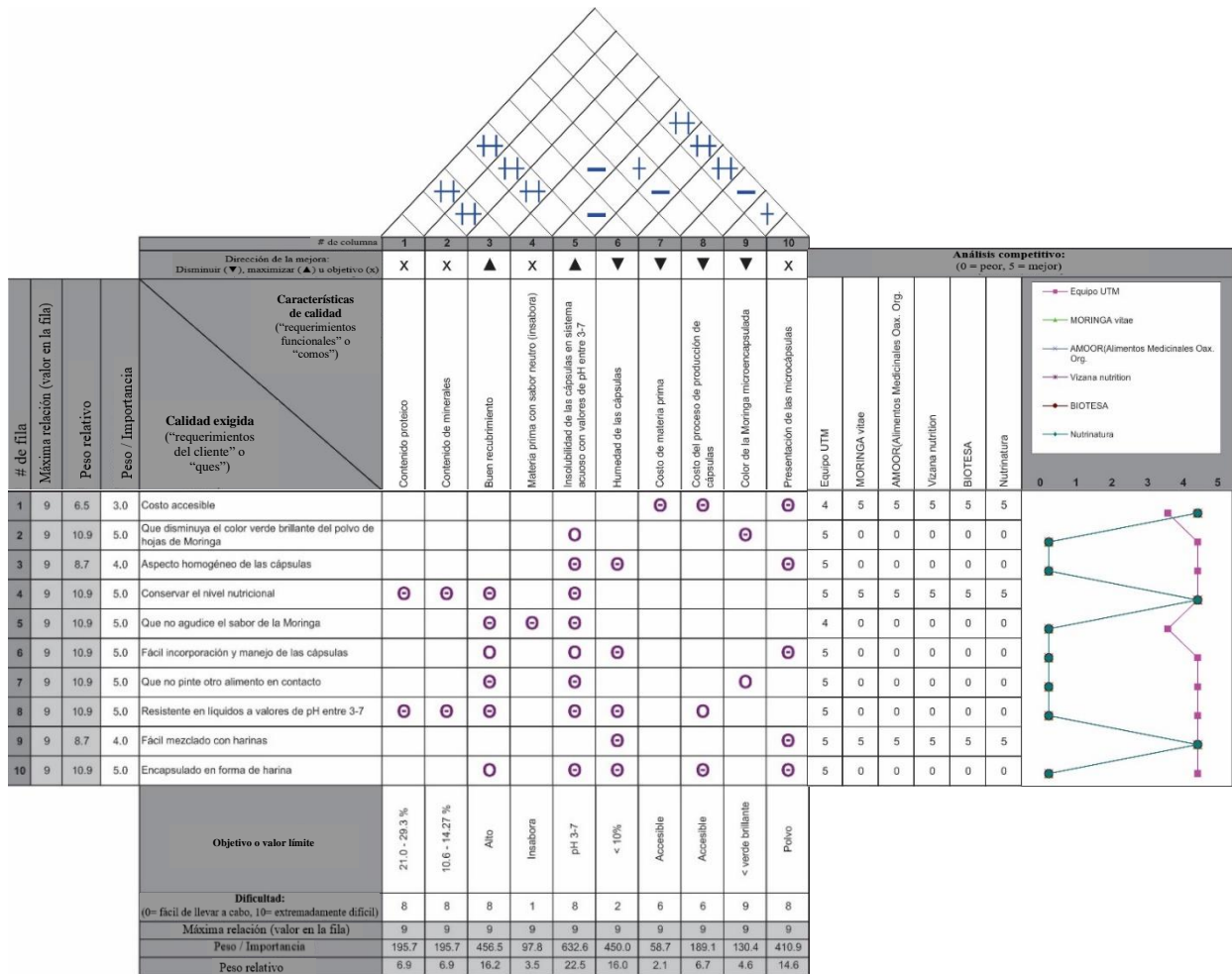


Figura 7. Resultado de la Fase 1: La casa de la calidad, correspondiente a la iteración 2.

Al igual que en la iteración 1, la información manejada se obtuvo por medio de entrevistas y discusiones directas. Las necesidades o requerimientos identificados en esta matriz (Figura 7), fueron: que disminuya el color verde brillante del polvo de hojas de *M. oleifera*, conservar el nivel nutricional, que no agudice el sabor de la *M. oleifera*, fácil incorporación y manejo de las cápsulas, que no pinte otro alimento en contacto, cápsula resiste a valores de pH entre 3-7 y encapsulado en forma de harina, siendo las necesidades identificadas con mayor prioridad a tomar en cuenta para lograr desarrollar el producto que requiere cliente.

Cabe señalar que casi todas las NC fueron expresadas con valores ponderado de importancia entre 4 y 5, lo que significa que deben ser cubiertas durante el desarrollo del producto, según lo expresado por el cliente.

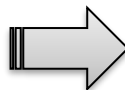
Por consiguiente, se realizó la traducción de dichas necesidades a CT específicas que requiere el producto para dar cumplimiento a la satisfacción de las necesidades expresadas, estableciendo que: el buen recubrimiento, insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH entre 3-7, humedad de las cápsulas y presentación de las microcápsulas, resultaron ser las CT con mayor importancia, según la puntuación obtenida en la sección de propiedades técnicas, las cuales según el análisis, su valor tienen mayor probabilidad de influir o satisfacer los requerimientos más importantes del cliente. Sin embargo, se consideró evaluar todas las CT en la siguiente matriz, con el propósito de identificar la mayor información técnica posible que permita el desarrollo del producto esperado por el cliente. Así también, en la misma sección de propiedades técnicas se establecieron los valores objetivos o límites para cada CT, con el propósito de evaluar la calidad del producto final resultante conforme a los valores fijados. Como se mencionó en las secciones anteriores y en virtud de la naturaleza del producto, se utilizaron rangos de valores para las siguientes características técnicas: contenido proteico (21.0 – 29.3%), contenido de minerales (cenizas, 10.6 – 14.27%) [48], insolubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos a valores de pH (3-7) [50].

Por otro lado, en el apartado del techo de correlación técnica se realizó el análisis de las CT determinadas, con el propósito de identificar el posible impacto entre ellas durante el proceso de desarrollo del producto, dicha valoración tuvo como resultado identificar que: el buen recubrimiento, la insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH 3-7 y la presentación de las microcápsulas tienen mayor impacto positivo al correlacionarse con otras CT, ya que a medida que aumentan su valor se favorecen positivamente entre sí.

Al realizar el análisis teórico de la planeación estratégica del polvo de *M. oleifera* encapsulado, mediante la comparación del desempeño y características de los productos colocados en el mercado identificados en la Tabla 2, se encontró que el polvo encapsulado podría satisfacer en su totalidad las necesidades establecidas por el cliente, en comparación con los productos no encapsulados, los cuales solo cubren satisfactoriamente alrededor del 30% de las NC. Los productos ofertados en el mercado se encuentran en su estado natural sin más proceso que la deshidratación y pulverización de las hojas de *M. oleifera*. En la siguiente Tabla 4, se muestra el resultado de la información obtenida en esta primera fase:

Tabla 4. Información de entrada y salida de la evaluación de la primera matriz del QFD, iteración 2.

<b>Entradas</b> <b>Requerimientos del cliente</b>	<b>Salidas</b> <b>Características técnicas del producto</b>
→ Costo accesible	→ Costo de materia prima
→ Que disminuya el color verde brillante del polvo de hojas de <i>M. oleifera</i>	→ Costo del proceso de producción de cápsulas
→ Aspecto homogéneo de las cápsulas	→ Color de la <i>M. oleifera</i> microencapsulada
→ Conservar el nivel nutricional	→ Presentación de las microcápsulas
→ Que no agudice el sabor de la <i>M. oleifera</i>	→ Contenido proteico
→ Fácil incorporación y manejo de las cápsulas	→ Contenido de minerales
→ Que no pinte otro alimento en contacto	→ Buen recubrimiento
→ Resistente en líquidos a valores de pH entre 3-7	→ Materia prima con sabor neutro (insabora)
→ Fácil mezclado con harinas	→ Humedad de las cápsulas
→ Encapsulado en forma de harina	→ Insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH entre 3-7



En las Tablas 5 y 6, se realizó la descripción de cada una de las necesidades expresadas por el cliente y las CT establecidas en la evaluación de la primera fase, respectivamente.

Tabla 5. Descripción de los requerimientos establecidos por el cliente.

<b>Requerimientos del cliente</b>	<b>Descripción</b>
Costo accesible	La producción de las cápsulas deberá tener un costo accesible para que no encarezca los productos alimenticios fortificados, los cuales puedan ser adquiridos por cualquier segmento de la población (población más vulnerable).
Que disminuya el color verde brillante del polvo de hojas de <i>M. oleifera</i>	Se requiere que las cápsulas enmascaren o disminuyan el color verde brillante del PHMO.
Aspecto homogéneo de las cápsulas	Se requiere que las cápsulas producidas cuenten con un aspecto homogéneo a la observación.
Conservar el nivel nutricional	El PHMO encapsulado deberá conservar el nivel nutricional (proteína y cenizas) o mantenerse en un nivel aceptable. Para la proteína estar dentro del rango de 21.0 – 29.3% y las cenizas entre 10.6 – 14.27%.
Que no agudice el sabor de la <i>M. oleifera</i>	Se requiere que las cápsulas enmascaren o por lo menos que no agudice el sabor del PHMO.

Fácil incorporación y manejo de las cápsulas	Se requiere que el producto generado se pueda esparcir sin problemas sobre el producto alimenticio a fortificar.
Que no pinte otro alimento en contacto	Se requiere que el revestimiento o pared de las cápsulas sean lo suficientemente resistentes para que el PHMO encapsulado no logre desprender su color sobre otro alimento en contacto.
Resistente en líquidos a valores de pH entre 3-7	Las cápsulas producidas deberán ser estables o resistentes en líquidos con valores de pH en un rango de 3-7.
Fácil mezclado con harinas	Se requiere que las cápsulas producidas cuenten con características que permitan el mezclado con harinas.
Encapsulado en forma de harina	Se necesita que el PHMO encapsulado se entregue en forma de harina.

Tabla 6. Descripción de las características técnicas establecidas según las necesidades expresadas por el cliente.

Características técnicas del producto	Descripción
Costo de materia prima	Para obtener un encapsulado con un costo accesible se deberá emplear materia prima con un precio accesible sin afectar la calidad y eficiencia de las cápsulas.
Costo del proceso de producción de cápsulas	El proceso para la producción de las cápsulas será otro factor que influirá en su costo, por lo tanto, se deberá establecer un proceso de encapsulación y recuperación de las cápsulas que minimice el costo sin afectar la calidad y eficiencia.
Color de la <i>M. oleifera</i> microencapsulada	Se requiere el enmascaramiento del color característico del PHMO.
Presentación de las microcápsulas	El cliente solicita la <i>M. oleifera</i> encapsulada en presentación de estado sólido.
Contenido proteico	El proceso de encapsulación o revestimiento deberá conservar un nivel nutricional aceptable del PHMO.
Contenido de minerales	El proceso de encapsulación o revestimiento deberá conservar el contenido de minerales del PHMO en un nivel aceptable.
Buen recubrimiento	Para obtener un producto de calidad que satisfaga las necesidades establecidas, se requerirá lograr un buen recubrimiento del PHMO.
Materia prima con sabor neutro (insabora)	Para lograr el enmascaramiento o disminuir el sabor característico de la <i>M. oleifera</i> se requiere emplear materia prima insabora.
Humedad de las cápsulas	Se requiere producir cápsulas que contengan un determinado porcentaje de humedad.
Insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH entre 3-7	Se requiere que las cápsulas producidas resistan a la disolución en un sistema acuoso con valores de pH entre 3-7.

Al finalizar el desarrollo de esta primera matriz, el análisis de la información manejada permitió concluir de forma general que el producto que se debería obtener sería cápsulas en estado sólido (polvo) producidas por el método de coacervación compleja. Los requerimientos que fueron claves para determinar dicha información técnica fueron que: el

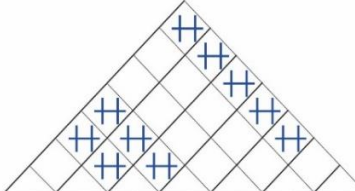
cliente requería un encapsulado en forma de harina que fuera resistente en líquidos a valores de pH entre 3-7, según la definición de coacervación compleja [9] este último requerimiento permitió tomar la decisión de utilizar dicho método para la obtención de las cápsulas, para posteriormente aplicar un proceso de secado que permitirá la obtención del polvo encapsulado.

Para realizar la transición a la siguiente fase del QFD (Fase 2) se utiliza como información base de entrada las CT identificadas con los valores más altos de importancia, debido a que se considera que estas características tienen una mayor relación con las necesidades y deseos del cliente. Para este estudio, la insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH entre 3-7, buen recubrimiento, humedad de las cápsulas y la presentación de las microcápsulas, resultaron ser las CT con mayor importancia, según el puntaje de la importancia resultante del análisis. Por otro lado, el valor de la dificultad de las CT es otro factor a considerar para ser candidatas a pasar a la siguiente fase de evaluación. Si la característica técnica se considera difícil o muy difícil de obtener, estas son razones para considerarlas en la siguiente evaluación.

De acuerdo a que la mayoría de las CT de esta fase 1 se consideraron difíciles y muy difíciles de lograr, se tomó la decisión de utilizar todas las CT identificadas como información base para el desarrollo de la segunda fase, con la finalidad de incrementar la probabilidad de satisfacer las NC.

### **5.1.3.1 Fase 2: Parámetros cuantificables del producto**

Las CT establecidas en la fase anterior fueron la información base para el análisis de esta segunda matriz, destacando como principal objetivo de la evaluación, el lograr establecer los parámetros que influirán significativamente en la fabricación del PHMO encapsulado. La evaluación y el desarrollo correspondiente a esta fase 2 se muestra en la siguiente Figura 8, exponiendo la información obtenida en cada etapa de la matriz.



# de fila	Máxima relación (valor en la fila)	Peso relativo	Peso / Importancia	Calidad exigida ("requerimientos del cliente" o "ques")	Características de calidad ("requerimientos funcionales" o "comos")									
					1	2	3	4	5	6	7			
Dirección de la mejora: Disminuir (▼), maximizar (▲) u objetivo (⊗)					X	X	▲	X	▼	▼	▼			
					Porcentaje de proteína	Porcentaje de cenizas	Porcentaje de coacervación	Biopolímeros con buena atracción electrostática	Índice de color CIELAB y CIELCH	Porcentaje de humedad de las cápsulas	Baja solubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos			
1	9	6.9	195.7	Contenido proteico	⊗		⊗	⊗						
2	9	6.9	195.7	Contenido de minerales		⊗	⊗	⊗						
3	9	16.2	456.5	Buen recubrimiento	⊗	⊗	⊗	⊗	⊗					⊗
4		3.5	97.8	Materia prima con sabor neutro (insabora)										
5	9	22.5	632.6	Insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH entre 3-7	⊗	⊗	⊗	⊗	▲	⊗	⊗			
6	9	16.0	450.0	Humedad de las cápsulas					⊗	⊗	⊗			
7	3	2.1	58.7	Costo de materia prima				⊗						
8	3	6.7	189.1	Costo del proceso de producción de cápsulas										⊗
9	9	4.6	130.4	Color de la Moringa microencapsulada					⊗	▲				
10	9	14.6	410.9	Presentación de las microcápsulas			⊗	⊗	⊗	⊗				
<b>Objetivo o valor límite</b>					21.0 - 29.3 %	10.6 - 14.27 %	70 - 90 %	Policación (carga +) y polianión (carga -)	< a verde brillante	< 10%	Baja			
<b>Dificultad:</b> (0= fácil de llevar a cabo, 10= extremadamente difícil)					5	4	7	7	5	7	9			
<b>Máxima relación (valor en la fila)</b>					9	9	9	9	9	9	9			
<b>Peso / Importancia</b>					410.4	410.4	516.7	522.9	301.6	347.0	416.0			
<b>Peso relativo</b>					14.0	14.0	17.7	17.9	10.3	11.9	14.2			

Figura 8. Fase 2: Parámetros cuantificables del producto.

Siguiendo con el mismo protocolo de desarrollo de cada sección de la matriz tal y como se realizó en la fase 1, se pudo identificar como información resultante de la evaluación de esta segunda fase que: el porcentaje de proteína (21.0 – 29.3%), porcentaje de cenizas (10.6 – 14.27%), porcentaje de coacervación (70 – 90%) [48], [49], biopolímeros con buena atracción electrostática (policación y polianión), índice de color CIELAB y CIELCH (disminución del color verde brillante natural de la planta), porcentaje de humedad de las cápsulas (< 10%) y baja solubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos (baja), serían los parámetros del producto que indicaran el cumplimiento de las necesidades expresadas por el cliente, por esta razón se obtuvieron valores aceptables de cada variable. Una vez fabricado

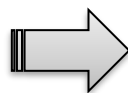
el PHMO encapsulado se realizó la caracterización del producto obtenido para conocer el cumplimiento y eficiencia de cada factor, esta se determinó por medio de la comparación de los resultados obtenidos con los rangos establecidos en la matriz.

El número de parámetros determinantes del producto, su importancia, la cual se obtuvieron valores altos para todos los parámetros y la dificultad para conseguir estos resultados, siendo ésta muy difícil para todos los factores, permitieron tomar la decisión de considerar todos los parámetros como información base de inicio para la evaluación de la fase 3.

La Tabla 7, muestra de forma resumida la información resultante de la evaluación de esta segunda matriz.

Tabla 7. Información resultante de la evaluación de la segunda matriz del QFD, iteración 2.

<b><u>Entradas</u></b> <b>Características técnicas del producto</b>	<b><u>Salidas</u></b> <b>Parámetros del producto</b>
→ Costo de materia prima	→ Biopolímeros con buena atracción electrostática en el rango de pH entre 3-7
→ Costo del proceso de producción de cápsulas	→ Porcentaje de proteína
→ Color de la <i>M. oleifera</i> microencapsulada	→ Porcentaje de cenizas
→ Presentación de las microcápsulas	→ Porcentaje de coacervación
→ Contenido proteico	→ Índice de color CIELAB y CIELCH
→ Contenido de minerales	→ Porcentaje de humedad de las cápsulas
→ Buen recubrimiento	→ Baja solubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos
→ Materia prima con sabor neutro (insabora)	
→ Humedad de las cápsulas	
→ Insolubilidad de las cápsulas en sistema acuoso con valores de pH entre 3-7	



La Tabla 8, muestra la descripción de cada uno de los parámetros determinados del producto resultantes de la evaluación de la presente fase.

Tabla 8. Descripción de los parámetros del producto que se requieren medir para determinar el cumplimiento de los requerimientos del cliente.

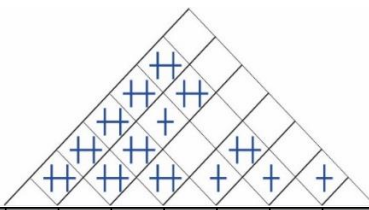
<b>Parámetros del producto</b>	<b>Descripción</b>
Biopolímeros con buena atracción electrostática	Determinado el proceso de encapsulación se requiere seleccionar biopolímeros con buena atracción electrostática para lograr el recubrimiento del PHMO.
Porcentaje de proteína	Se requiere determinar el porcentaje de proteína cruda de polvo microencapsulado para establecer la eficiencia de las cápsulas y del proceso.
Porcentaje de cenizas	El resultado de la determinación del porcentaje de cenizas contenido en el polvo microencapsulado ayuda a señalar la eficiencia de las cápsulas y del proceso.
Porcentaje de coacervación	La cuantificación del porcentaje de coacervado obtenido permitió esclarecer la eficiencia del proceso y los parámetros que se requiere establecer para obtener porcentajes altos.
Índice de color CIELAB y CIELCH	Se requiere cuantificar el color del polvo encapsulado por medio de la determinación de los índices CIELAB y CIELCH para comprobar el enmascaramiento de color del PHMO.
Porcentaje de humedad de las cápsulas	La medición del porcentaje de humedad de las cápsulas permitió determinar si se cumple con el requerimiento establecido.
Baja solubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos	Se requiere obtener cápsulas que se permitan crear y manipular en sistemas acuosos con valores de pH entre 3-7.

#### **5.1.4.1 Fase 3: Parámetros determinantes del proceso**

Siguiendo con el protocolo de evaluación de las fases anteriores, en la Figura 9, se muestra la tercera matriz de la metodología, en la cual se estableció como principal objetivo identificar los parámetros específicos que determinarían la eficiencia del proceso y por consiguiente del producto. Los indicadores más relevantes a evaluar durante el proceso de coacervación, así como también, la información principal que dio inicio al desarrollo de la propuesta particular de microencapsulación, resultaron ser: buen recubrimiento del núcleo (adhesión de los polímeros encapsulantes al núcleo), tipo de polianión (goma xantana / CMC), valor de pH (entre 3-7), relación polianión – polianión (50-90%), tiempo de agitación (< 45 min), concentración de las soluciones poliméricas (gelatina (0.5-1%), goma xantana (0.1-0.2%) y CMC (0.25-0.5%)) y tipo de secado.

Estos parámetros identificados fueron evaluados para determinar los valores que permitieron lograr altos porcentajes de coacervado, mismos que se produjeron cuidando la calidad esperada por el cliente.





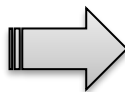
# de fila	Máxima relación (valor en fila)	Peso relativo	Peso / Importancia	Calidad exigida ("requerimientos del cliente" o "ques")	# de columna						
					1	2	3	4	5	6	7
Dirección de la mejora: Disminuir (▼), maximizar (▲) u objetivo (x)					X	X	X	X	▼	X	▼
Características de calidad ("requerimientos funcionales" o "comos")					Buen recubrimiento del núcleo (adhesión de los polímeros encapsulantes al núcleo)	Tipo de polianión	Valor de pH	Relación polianión - polianión	Tiempo de agitación	Concentración de las soluciones poliméricas	Tipo de secado
1	9	14.0	410.4	Porcentaje de proteína	○		▲				
2	9	14.0	410.4	Porcentaje de cenizas	○		▲				
3	9	17.7	516.7	Porcentaje de coacervación	○	○	○	○	○	○	
4	9	17.9	522.9	Biopolímeros con buena atracción electrostática	○	○		○			
5	9	10.3	301.6	Índice de color CIELAB y CIELCH	○		○				○
6	9	11.9	347.0	Porcentaje de humedad de las cápsulas							○
7	9	14.2	416.0	Baja solubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos	○		○			○	○
Objetivo o valor límite					Buena adhesión al núcleo	Xantana/CMC	pH entre 3-7	50-90%	< 45 min	Gelatina (0.5-1%), Xantana (0.1-0.2%) y CMC (0.25-0.5%)	Por aspersión y por estufa, de 3 - 4 hrs a 50 - 150 °C
Dificultad: (0 = fácil de llevar a cabo, 10 = extremadamente difícil)					9	5	9	9	7	8	8
Máxima relación (valor en fila)					9	9	9	9	9	9	9
Peso / Importancia					793.2	319.9	407.8	212.6	159.0	201.6	180.4
Peso relativo					34.9	14.1	17.9	9.3	7.0	8.9	7.9

Figura 9. Fase 3: Parámetros determinantes del proceso.

En la Tabla 9, se muestra la información de entrada que se utilizó para la evaluación de la fase 3, así como también los parámetros determinantes del proceso establecidos (salidas) que resultaron necesarios evaluar para obtener el PHMO encapsulado solicitado por el cliente.

Tabla 9. Información obtenida de la evaluación de la tercera matriz del QFD, iteración 2.

<b>Entradas</b> <b>Parámetros del producto</b>	<b>Salidas</b> <b>Parámetros determinantes del proceso</b>
→ Biopolímeros con buena atracción electrostática	→ Buen recubrimiento del núcleo (adhesión de los polímeros encapsulantes al núcleo)
→ Porcentaje de proteína	→ Tipo de polianión
→ Porcentaje de cenizas	→ Valor de pH
→ Porcentaje de coacervación	→ Relación policación - polianión
→ Índice de color CIELAB y CIELCH	→ Tiempo de agitación
→ Porcentaje de humedad de las cápsulas	→ Concentración de las soluciones poliméricas
→ Baja solubilidad de las cápsulas en sistemas acuosos	→ Tipo de secado



Por otro lado, en la Tabla 10, se muestra la descripción de cada una de los parámetros determinantes del proceso determinados en la evaluación de la presente fase.

Tabla 10. Descripción de los parámetros determinantes del proceso requeridos para la obtención del PHMO microencapsulado.

<b>Parámetros determinantes del proceso</b>	<b>Descripción</b>
Buen recubrimiento del núcleo (adhesión de los polímeros encapsulantes al núcleo)	Se requiere emplear biopolímeros adecuados que se adhieran eficiente mente al PHMO.
Tipo de polianión	Seleccionar el tipo de polianión que permita mejor coacervación y recubrimiento del PHMO.
Valor de pH	Determinar el valor de pH que permita obtener el valor máximo de coacervación.
Relación policación - polianión	Determinar el valor de la relación policación – polianión que permita obtener altos valores de coacervación y una mejor formación de la pared encapsulante.
Tiempo de agitación	Establecer el tiempo de agitación necesario para la formación del coacervado.
Concentración de las soluciones poliméricas	Establecer la concentración adecuada de las soluciones poliméricas que permita una mejor adhesión al núcleo y una mejor formación de la pared encapsulante.
Tipo de secado	Establecer el proceso de secado que permita obtener el encapsulado en forma de polvo con una humedad menor al 10% y una alta conservación de proteína y cenizas.

En líneas generales, el protocolo de coacervación puesto a punto esquematizado en la Figura 10, se utilizó para encontrar los valores específicos de cada parámetro del proceso. Durante las evaluaciones se tomaron como condiciones ideales, los valores de cada parámetro que permitieron obtener mayores porcentajes de coacervación.

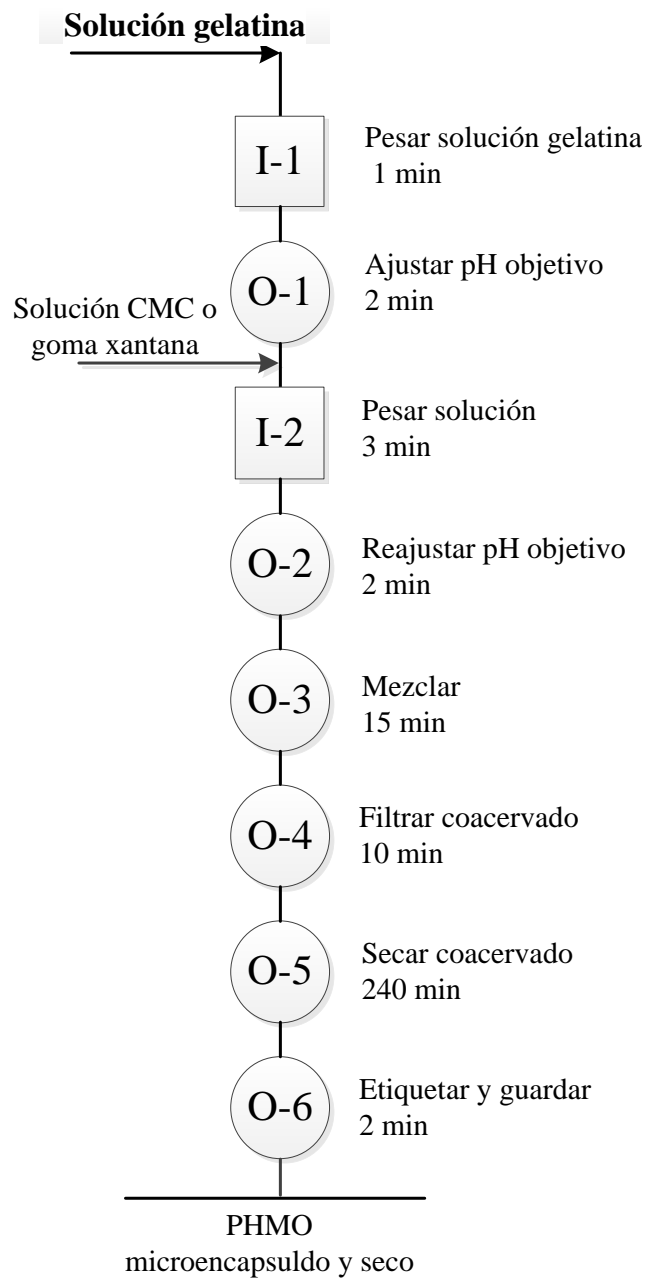


Figura 10. Diagrama de proceso de coacervación.

### 5.1.4.1.1 Influencia del pH y la relación de la mezcla entre los componentes poliméricos (el rendimiento del coacervado)

En la coacervación compleja, los parámetros más influyentes para lograr un alto porcentaje de precipitado, fueron el pH de la solución de mezcla y la relación de composición entre el polication (proteína) y el polianión (polisacárido) de la mezcla polimérica total. El pH modifica la carga de los grupos ionizables que conforman los biopolímeros, por cada par de proteína - polisacárido considerado, así como también, en una determinada composición entre ellos, hay un valor de pH para el cual el número de cargas de signo opuesto de cada macromolécula, es máximo y equivalente. Este valor de pH se conoce como el pH de equivalencia eléctrica (EEP), y es donde se obtiene el máximo rendimiento de la formación del complejo electrostático, así como la mayor cantidad de la fase coacervada [50].

De acuerdo a lo mencionado anteriormente es necesario asegurar una alta densidad de cargas opuestas de los polímeros a coacervar, para ello se tomó como referencia los estudios del potencial zeta en función del pH, para la gelatina, la CMC y la goma xantana, disponibles en la literatura [51], [52]. Conforme a estos valores presentados en la Figura 11, se estableció el rango de pH a evaluar que asegurara la carga positiva de la gelatina y negativas de los polianiones al ejecutar la coacervación y de esta manera obtener el EEP que genera un máximo de coacervación ( $pH_{max}$ ).

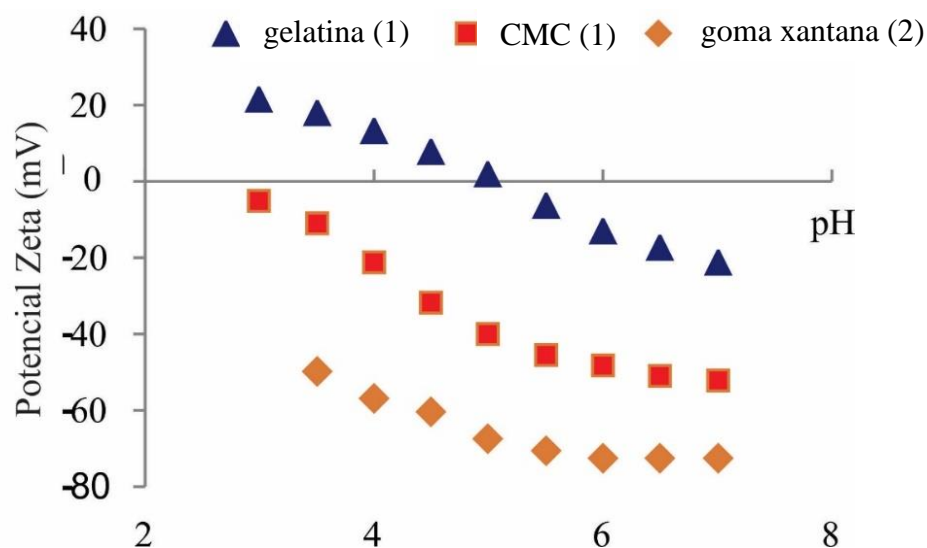


Figura 11. Estudio de Potencial Zeta de la gelatina, la CMC y la goma xantana. Adaptado de los autores [51] y [52].

Los valores de pH propuestos en la literatura para realizar el coacervado entre gelatina tipo B y la CMC van entre 3 y 4.5 para porcentajes de gelatina en mezcla de biopolímeros, entre 50 y 90 % [52]. En un estudio de microencapsulación de aceite de Neem con una mezcla de gelatina tipo A y CMC, se reportan como condiciones de mayor coacervación un pH 3.5 y un porcentaje de gelatina de 70% [53].

En el presente trabajo, la identificación de las condiciones de mayor coacervación entre la gelatina comercial empleada (G) (correspondiente a una mezcla de gelatina tipo A y tipo B) y la CMC se obtuvieron al realizar barridos unidimensionales de estos dos parámetros. En primer lugar, se realizó un barrido del pH para una relación constante de gelatina y CMC de 4 a 1, esto respecto a la mezcla total de polímeros empleado en la coacervación, es decir el 75% de gelatina (solución al 1%) y 25% de CMC (solución al 0.5%). En la Figura 12, se muestra la variación del porcentaje de coacervación, representado por las barras, al variar el pH desde un valor de 3.4 hasta 4.2, observando que el porcentaje de coacervación aumenta a medida que lo hace el pH, hasta alcanzar un punto máximo en un valor de 3.6, una vez alcanzado este punto máximo, la masa obtenida del complejo coacervado disminuye al continuar el aumento del pH.

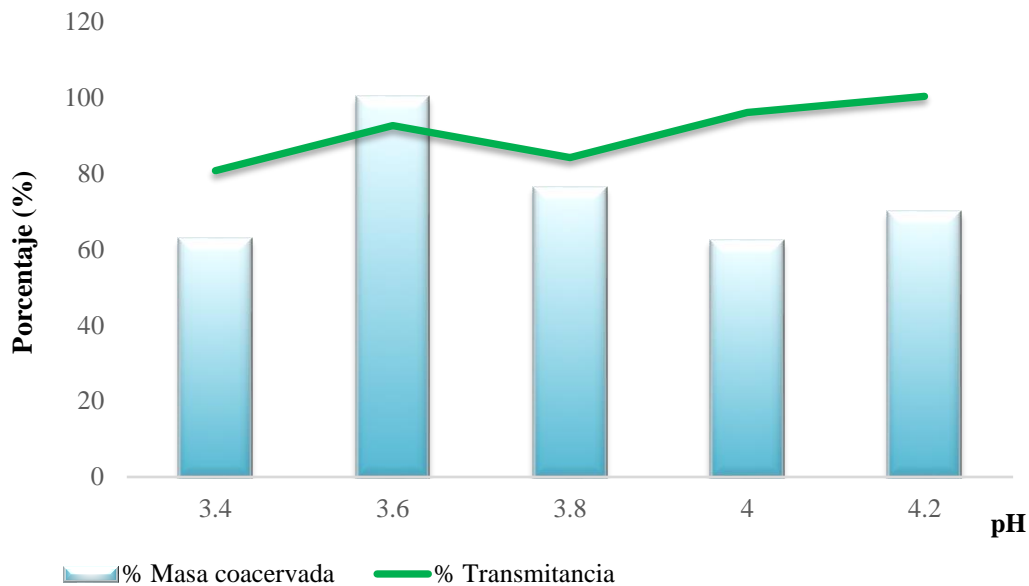


Figura 12. Porcentaje de coacervación del complejo precipitado (barras) y porcentaje de transmitancia (a 500nm) de la solución sobrenadante (línea), en una mezcla polimérica total (100%), empleando el 75% de gelatina al 1% y 25% de CMC al 0.5%.

Otra técnica analítica para la identificación de este punto de máxima coacervación, propone medidas de turbidez de la mezcla inicial durante la titulación de pH, en este caso la intensidad de luz dispersa pasa a través de un máximo que indica una masa máxima dentro de los complejos electrostáticos y / o un número máximo de partículas formadas [53], [54]. Dado que esta aplicación se enfoca en una máxima cantidad de coacervado precipitado, para lograr el recubrimiento de la matriz sólida, y para evitar la influencia de parámetros de tipo cinéticos, se prefirió medir la transmitancia de la solución sobrenadante separada luego de la filtración de la fase coacervada precipitada, para cada valor de pH. En la Figura 12, la medida de transmitancia es representada por una línea, la cual muestra un valor alto para el pH de máxima precipitación, poniendo en evidencia el empobrecimiento de la solución en el complejo polimérico. Fuera de este punto de máxima precipitación, los complejos permanecen solubles debido a la insuficiente neutralización de la carga [55], lo cual genera una disminución de la transmitancia de la solución.

Para la mezcla gelatina – goma xantana, en la literatura se reportan menos estudios sobre la formación de coacervados. Por un lado, trabajos dirigidos a la obtención y caracterización de hidrogeles, reportan de manera colateral la precipitación de un complejo electrostático, que aparece para valores de pH inferiores a 4.5, en una mezcla con un porcentaje de gelatina de 83% [51]. Otro estudio dirigido a la formación de complejos gelatina–goma xantana por electrosíntesis, menciona la formación de un coacervado G–X a relación 1:1 para un pH de 2.5 [56]. Sin embargo, en ninguno de estos estudios se aborda la determinación de las condiciones composición–pH para obtener un alto porcentaje del complejo G – X. En tal sentido, en este trabajo se inició el estudio de coacervación con una composición de 50% gelatina y 50 % (goma xantana), mezclando soluciones de 1% y (0.2%), respectivamente. A esta composición fija, se realizaron coacervaciones para valores de pH desde 3.4 hasta 4.2. En la Figura 13, se observan de forma comparativa para los dos pares gelatina–polisacárido (G – P) estudiados, los porcentajes de transmitancia en las soluciones sobrenadantes luego de filtrar los coacervados precipitados. En ambos sistemas se observa un máximo para un valor de pH de 3.6, sin embargo el comportamiento de ambos sistemas difiere para los valores de transmitancias a pH más altos, en donde el comportamiento de la transmitancia para G – X, representada por la banda en primer plano, se mantiene en valores bajos, mientras que los valores para las soluciones G – CMC aumentan de nuevo al alejarse del punto de máxima

coacervación, ese comportamiento responde a la diferencia de la transmitancia de las soluciones individuales de los polianiones, siendo éstas de 52% para la solución de goma xantana y de 100% para la solución de CMC. Comparando este resultado, respecto a los valores de las soluciones sobrenadantes de cada coacervado para pH de 4.2, que son iguales a 55% para la mezcla la G – X, y 100% para G – CMC, se puede deducir que dichas soluciones contienen en gran parte los restos no precipitados del polisacárido correspondiente. El conjunto de estos resultados ha permitido proponer que, las medidas de transmitancia de las soluciones sobrenadantes del complejo precipitado, mostrarán un aumento local de la transmitancia en el punto de máxima coacervación, de forma independiente al valor de transmitancia de las soluciones individuales de los polímeros mezclados.

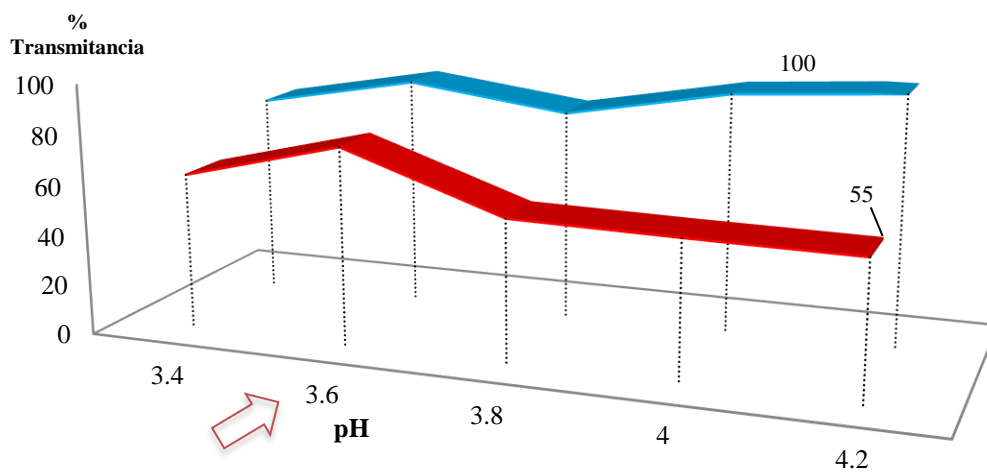


Figura 13. Porcentaje de transmitancia (a 500nm) de las soluciones sobrenadante, para las mezclas de gelatina-goma xantana en relación 50:50 (banda en primer plano) y para gelatina-CMC en relación 75:25 (banda segundo plano).

Dado que el porcentaje de coacervación, también varía en función de la composición de la mezcla polimérica, se determinó a un valor de pH constante (valor de máxima coacervación igual a 3.6 para ambos sistemas), la relación de biopolímeros G-P para la cual se obtiene un mayor porcentaje de coacervación. Los valores de los porcentajes de coacervación obtenidos se presentan en forma de barras en la Figura 14, acompañados de los valores de los porcentajes de transmitancia de las soluciones separadas del coacervado, representados en la línea continua sobrepuesta.

En la Figura 14 A), se presenta la variación en el sistema G–CMC para el cual la relación de máxima coacervación se consigue en una mezcla de biopolímero con 75 % de gelatina (confirmando la composición de partida), mientras que para el coacervado G – X mostrado en la Figura 14 B), la composición de mayor recuperación de coacervado se reajusta respecto a la composición de partida para re-ubicarse a una composición de 65 % en gelatina. En ambos casos, el mayor porcentaje de coacervación se obtiene para mezclas ricas en gelatina, sin embargo, como es de esperar en un aporte molar equivalente entre ambos pares de polisacáridos, para la CMC con menor peso molecular respecto a la goma xantana, se requiere menor porcentaje de polisacárido para aportar un número semejante de moles (25% para la CMC, menor respecto al 35% de la goma xantana).

Los porcentajes de coacervación en estos puntos de alta coacervación alcanzan valores cercanos o iguales al 100%, indicativo que en la práctica la totalidad de los polímeros en solución se integran en complejos intermoleculares de tamaño suficiente para precipitar, este hecho es corroborado con valores de transmitancia de la solución sobrenadante cercanos al 100%, que muestra la ausencia de complejos no precipitados. Para el caso particular de la mezcla G – CMC, (donde las soluciones de polímeros puros presentan transmitancias del 100% a esa longitud de onda) la observación de valores de transmitancia menores al 100% antes y después del punto máximo, indica la presencia de complejos en solución de talla coloidal que no logran integrar complejos intermoleculares grandes para precipitar, y quedan suspendidos en la solución. Por otro lado, para la mezcla G – X, luego del máximo de coacervación, la transmitancia mantiene valores de 100%, indicando que no permanecen complejos pequeños suspendidos, ni goma xantana sin precipitar y, por tanto, la masa no precipitada estaría solo compuesta de gelatina remanente en solución. Estas observaciones están en concordancia con los mecanismos de formación y estabilización de complejos reportados por [51], [52] en las diversas zonas de pH y composición.



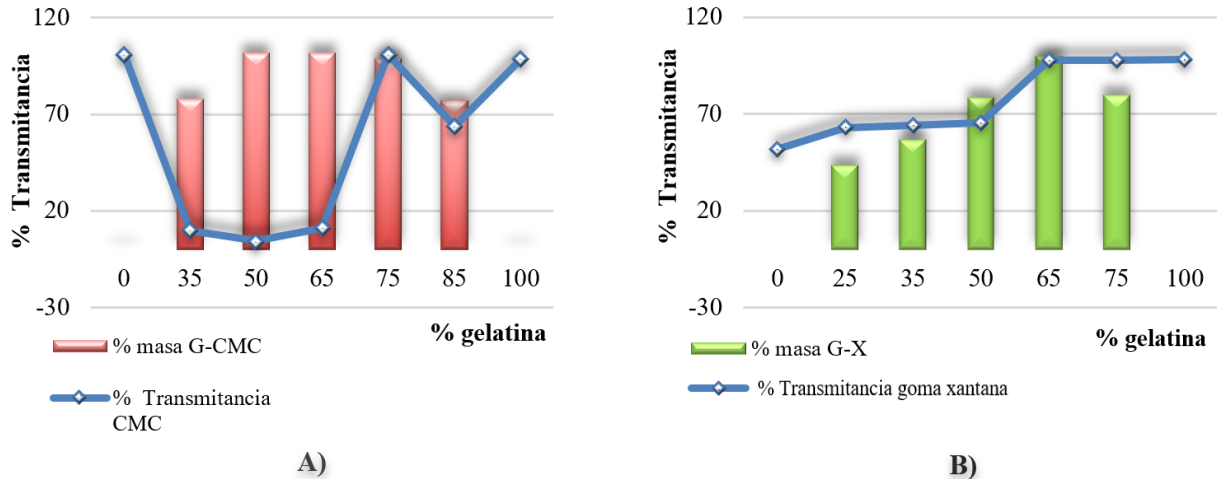


Figura 14. Porcentajes de coacervación y transmitancia obtenidos al variar el porcentaje de gelatina en la mezcla de polímeros, para los sistemas A) gelatina-CMC y B) gelatina-goma xantana, obtenidos a un pH 3.6.

Los barridos unidimensionales realizados en la etapa de exploración, en donde se evaluó la influencia del pH, la relación de la mezcla entre los componentes poliméricos, orden de adición a la mezcla de los componentes poliméricos, el tiempo de agitación, influencia de la concentración de las soluciones y el tipo de polianión sobre la morfología y adhesión del coacervado, ayudaron a determinar cuál de estos influía significativamente en la eficiencia de la coacervación, se identificó al pH y a la relación de la mezcla entre los componentes poliméricos como los factores críticos más influyentes en la coacervación del PHMO. Para los pares de polímeros gelatina-CMC y gelatina-goma xantana se evaluaron los factores seleccionados en un rango de valores de pH (2.7 – 5.0) para ambos pares y una relación de mezcla de (65% – 85%) para la CMC y de (65%–75%) para la goma xantana, (el rango indica el porcentaje de gelatina (%G) en la mezcla total polimérica de los pares correspondientes), para obtener la respuesta del valor máximo del porcentaje de coacervación (%Coa.); datos presentados en las Tablas 14 y 15, en Anexos.

La Figura 15, muestra el comportamiento de la variable de respuesta, en donde se puede apreciar una ligera estabilidad y ajuste de los datos en un rango de valores de pH entre 3.4 a 3.8, mostrando que a dichas condiciones de operación existe un punto intermedio que permite obtener valores máximos de coacervación.

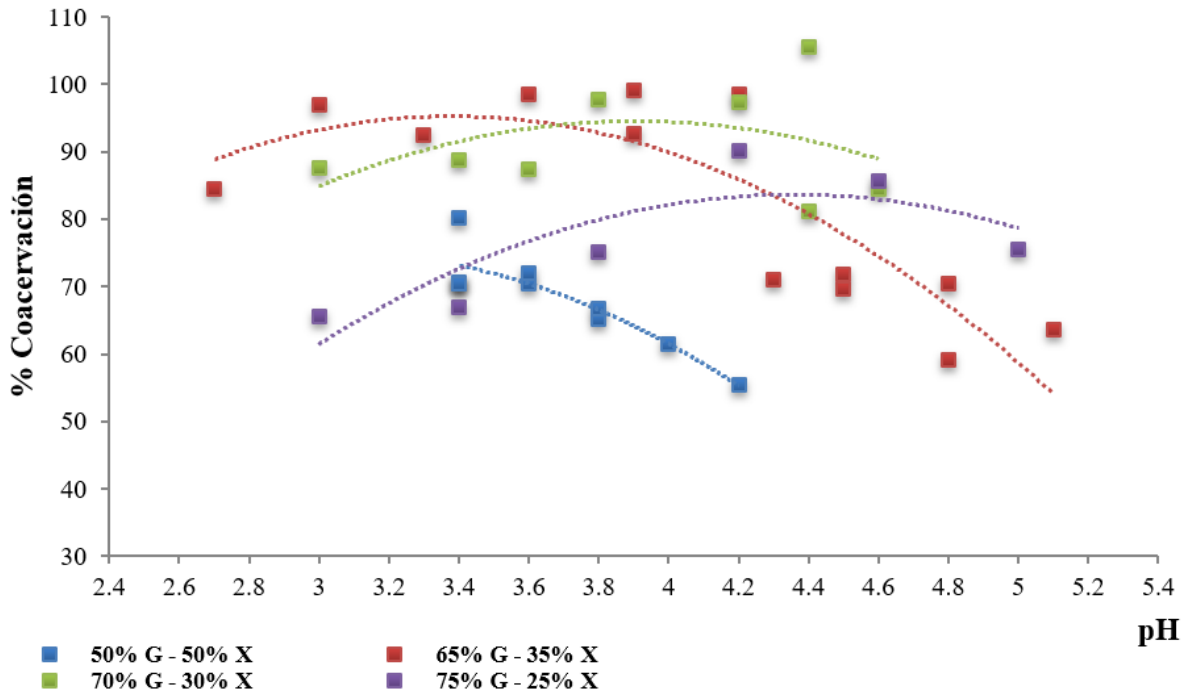


Figura 15. Comportamiento del porcentaje de coacervación según las condiciones de operación para el par polimérico G-X, evaluado en un intervalo de valores de pH y de la relación de mezcla, (3.0 – 4.6) y (50 – 75%, de gelatina).

Realizando el análisis por separado de cada relación en mezcla de los pares poliméricos se identificó que en la relación 65% gelatina – 35% goma xantana, a un rango de pH de 3.0 a 4.2 se muestra una tendencia general definida del comportamiento de la variable de respuesta, poniendo en evidencia una zona en la cual se lograron obtener porcentajes de coacervación mayores al 90%, esta zona se localizó en un rango de pH de 3.2 a 3.6. En la Figura 16, se pueden observar las condiciones de coacervación a las que se lograron obtener valores máximos de coacervación, de acuerdo a estos resultados, se consideraron condiciones satisfactorias para calificar al proceso como eficiente.

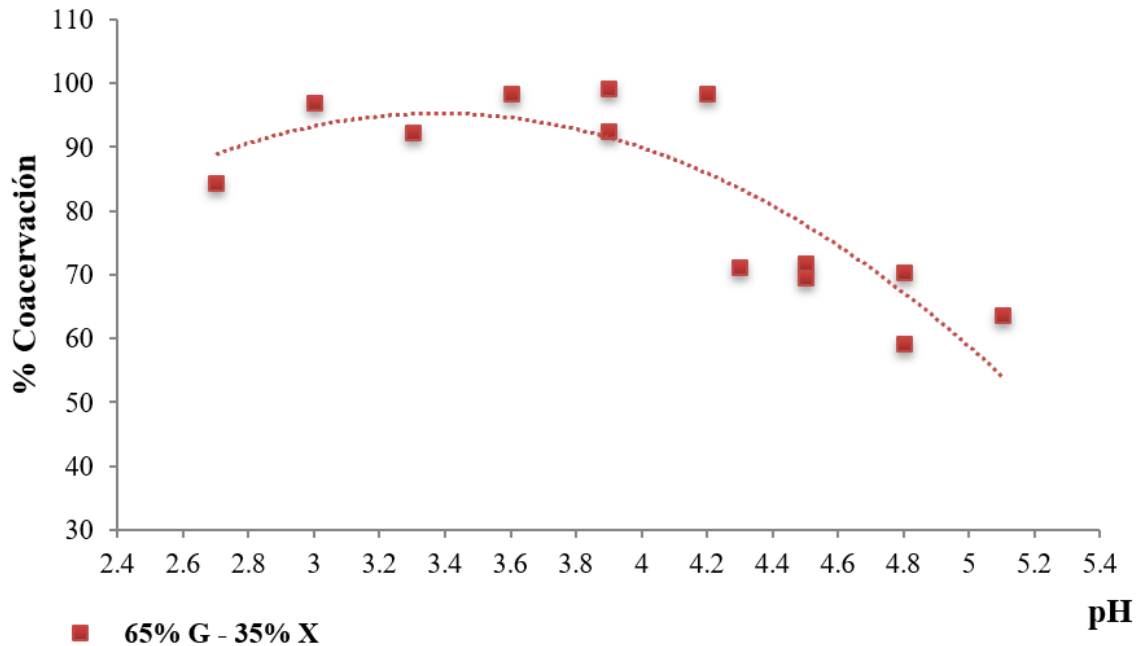


Figura 16. Comportamiento del porcentaje de coacervación según las condiciones de operación para el par polimérico G-X, evaluado en un intervalo de valores de pH (3.0 – 4.6) y a una relación de mezcla 65% gelatina – 35% goma xantana.

Para el caso del par polimérico gelatina – CMC, se realizó el análisis de la misma forma que el par polimérico anterior. La Figura 17, muestra los resultados obtenidos del comportamiento de la variable de respuesta al ejecutar las pruebas de coacervación a un rango de pH de 3.0 – 4.6 y a una relación en mezcla de gelatina – CMC de 65% - 35%, 75% - 25% y 85% - 15%, respectivamente.

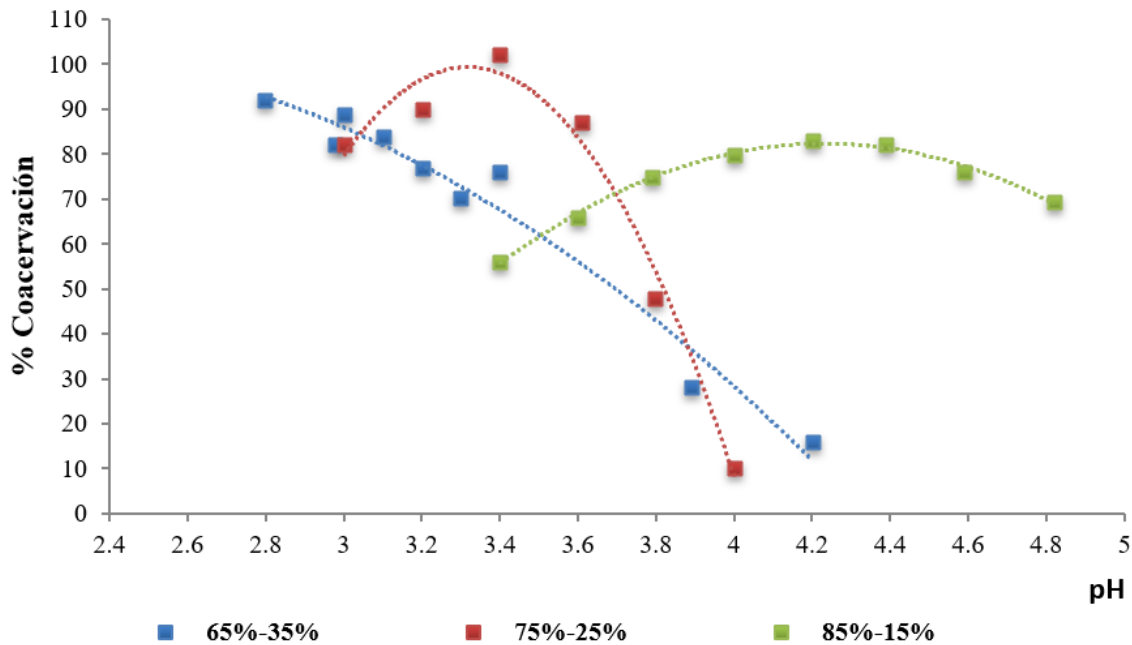


Figura 17. Comportamiento de la variable de respuesta del análisis del par polimérico G-CMC, evaluado en un intervalo de valores de pH y de la relación de mezcla, (3.0 – 4.6) y (65% –35%, 75%-25% y 85%-15%, respectivamente).

En el análisis por separado de las condiciones evaluadas, se identificó que a una relación G-X (85% - 15%) fija y una variación de pH de 3.4 a 5.0, existe un comportamiento ascendente estable de la variable de respuesta, logrando identificar un punto máximo de coacervación en un rango de pH de 4.1 a 4.3 y a un rango de porcentaje de gelatina en mezcla alrededor de 85%, esta información permitió identificar la zona en donde se lograron obtener los valores específicos de pH y de la relación polimérica, con los que obtuvieron valores máximos de coacervación. La Figura 18, muestra el comportamiento de los datos obtenidos de dicha evaluación. El análisis de puntos invariantes del modelo obtenido por ajuste de regresión multivariable, presentado en la Tabla 16 y 17 del apartado anexos, permite corroborar estos valores.

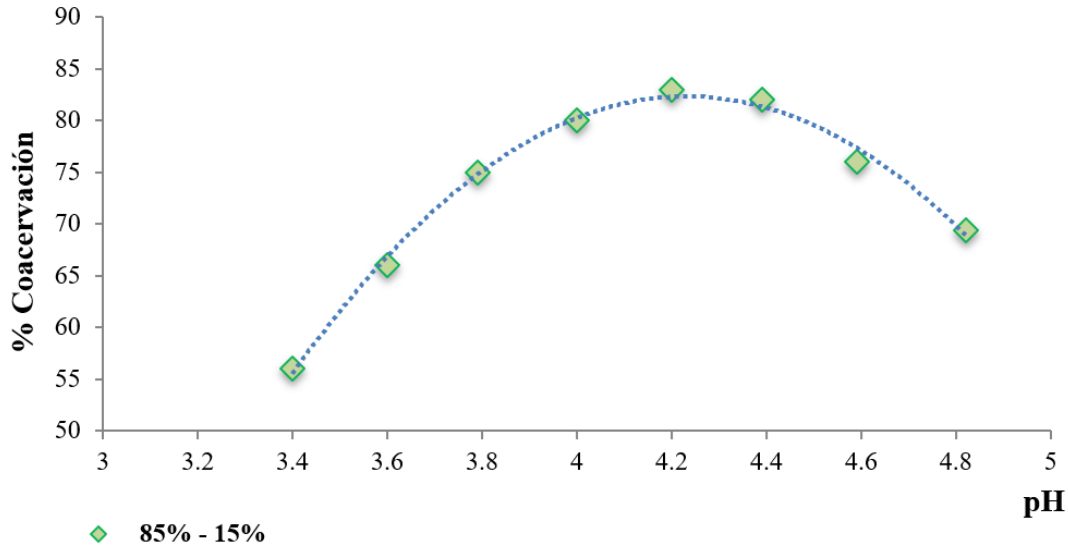


Figura 18. Comportamiento del porcentaje de coacervación del par polimérico G-X, evaluado en un intervalo de valores de pH (3.4 – 5.0) y a una relación de mezcla 85% gelatina – 15% goma xantana.

#### 5.1.4.1.2 Concentración de las soluciones y el tipo de polianión (Microencapsulación de *M. oleifera*).

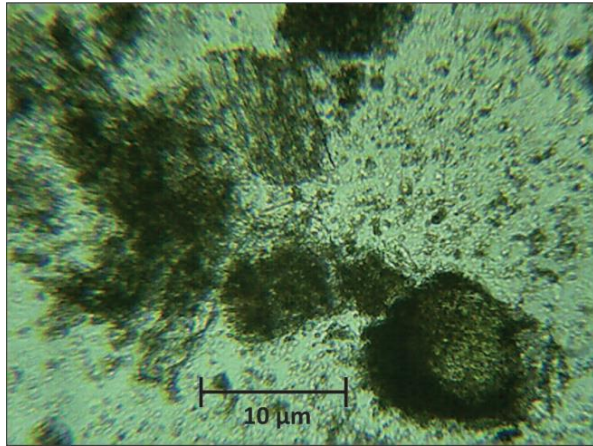
Una vez precisadas las condiciones de pH y composición polimérica de máxima formación de complejo, es importante lograr que el complejo formado se deposite sobre la superficie sólida del polvo y forme cápsulas de alto recubrimiento. En esta etapa, se evaluó la influencia de la concentración de las soluciones mezcladas sobre la eficiencia de esta deposición, tal como lo predice la teoría de precipitación de Von Weimarn, el factor concentración puede modificar la precipitación efectiva del complejo. Para evaluar esta influencia se efectuaron pruebas de coacervación sobre el PHMO, con soluciones de concentraciones iguales y con la mitad de la concentración de aquellas empleadas en la sección anterior. Se estudiaron soluciones de gelatina a 1% y 0.5%, para interactuar con soluciones de CMC a 0.5% y 0.25% y de goma xantana a 0.2% y 0.1%. La morfología y el nivel de deposición del coacervado formado sobre el polvo, se observó por microscopía, clasificando en dos niveles el grado de deposición efectiva. En las Figuras 19- B, C, y D, se muestran ejemplos de deposición *Altos*, dado que los coacervados de aspecto transparente se encuentran completamente depositados sobre la superficie del sólido, al mismo tiempo que la solución no presenta dispersión de coacervados libres.

Por otro lado, en las Figuras 19- A, E y F, se puede apreciar una adhesión baja del complejo polimérico formado sobre el PMHO, mostrando una menor cantidad de coacervados sobre su superficie, mientras que en la solución se observa una gran cantidad de polímero disperso. Otra observación importante es el comportamiento relativo que presentan los dos pares estudiados, por un lado, el par G-CMC pasa desde un alto recubrimiento hasta un nivel bajo cuando se diluyeron las soluciones mezcladas, mientras que el par G-X no tuvo dicho efecto. Esta relativa estabilidad del complejo G-X a la concentración de las soluciones de mezcla, permitió ser un criterio de selección para la micro-encapsulación del PHMO en las evaluaciones sucesivas.

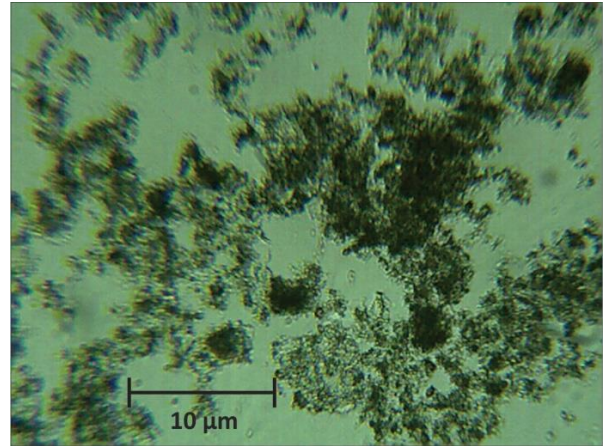
Por tal motivo, se decidió completar la evaluación del par polimérico G-X, diseñando pruebas experimentales que permitieran evaluar el impacto del aumento o disminución de las concentraciones, partiendo de las concentraciones iniciales mencionadas. Los resultados de estas pruebas experimentales son presentados en la Tabla 11, los cuales fueron cuantificados según los niveles de adhesión del polímero sobre el PHMO, como *Alto* (2) y *Bajo* (1) respectivamente.

Por medio de la ejecución de estas pruebas experimentales, se pudo observar que la variación individual de las concentraciones produce un efecto negativo en la deposición, es decir, el aumento individual de la concentración de una solución puede disminuir la deposición del complejo polimérico formado sobre el PHMO a encapsular.

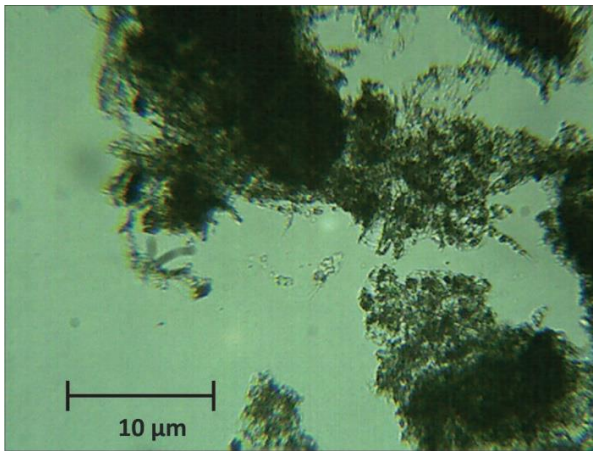
Por otro lado, también se pudo distinguir que la variación proporcional de ambas soluciones poliméricas formadoras del complejo, presenta una contribución de tipo positivo en la formación y adhesión de coacervado sobre el PHMO, a diferencia de la variación individual de las concentraciones de las soluciones, mostrando con esto, que no solo las concentraciones de las soluciones individuales pueden impactar sobre la eficiente formación de la cápsula, sino que el efecto combinado de dichas concentraciones presenta la mayor influencia, mostrando que el aumento de ambas concentraciones a la vez, mantiene una alta deposición.



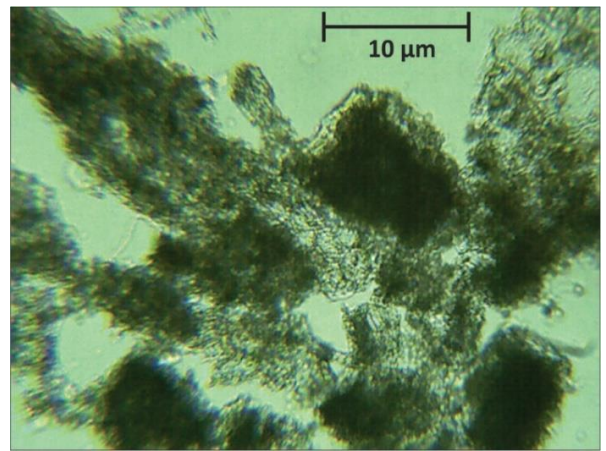
**A (G - CMC).** Coacervación G 0.5% y CMC 0.25%. Nivel de coacervación *Bajo* (gran cantidad de dispersión).



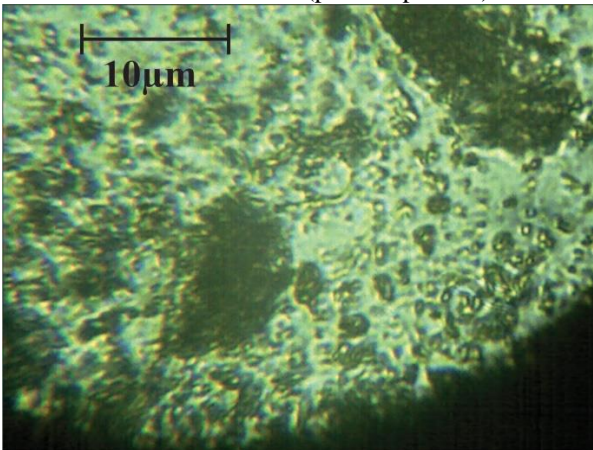
**B (G - CMC).** Coacervación G 1% y CMC 0.5%. Nivel de coacervación *Alto* (poca dispersión).



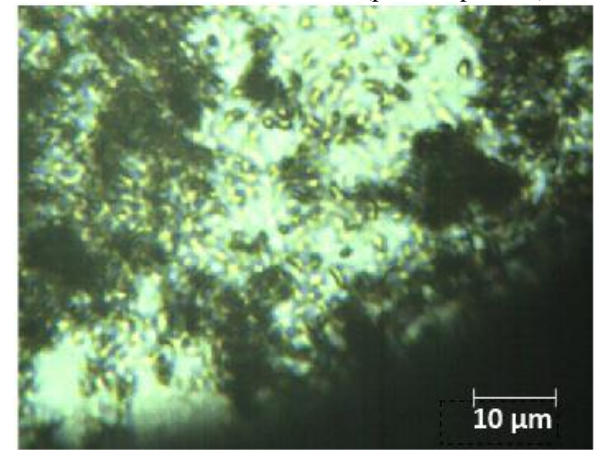
**C (G:X).** Coacervación G 0.5% y X 0.1%. Nivel de coacervación *Alto* (poca dispersión).



**D (G:X).** Coacervación G 1% y X 0.2%. Nivel de coacervación *Alto* (poca dispersión).



**E (G:X).** Coacervación G 1% y X 0.1%. Nivel de coacervación *Bajo* (gran cantidad de dispersión).



**F (G:X).** Coacervación G 0.5% y X 0.2%. Nivel de coacervación *Bajo* (gran cantidad de dispersión).

Figura 19. Morfología y nivel de deposición del coacervado formado sobre el PHMO, usando soluciones poliméricas de G-X y G-CMC a varias concentraciones.

Tabla 11. Matriz de diseño de pruebas para evaluar el comportamiento de la coacervación variando la concentración de las soluciones poliméricas.

	<b>GELATINA – GOMA XANTANA</b>			
FIGURA	21-C <sub>(G-X)</sub>	21-E <sub>(G-X)</sub>	21-F <sub>(G-X)</sub>	21-D <sub>(G-X)</sub>
CONCENTRACIÓN GELATINA	0.5%	1%	0.5%	1%
CONCENTRACIÓN POLIANIÓN	0.1%	0.1%	0.2%	0.2%
NIVEL DE COACERVACIÓN	<b>ALTO</b> (2)	<b>BAJO</b> (1)	<b>BAJO</b> (1)	<b>ALTO</b> (2)

Otro aspecto importante revelado al ejecutar las pruebas experimentales fue observado en la morfología del coacervado G–X, puesto en evidencia en las Figuras 19-E y 19-F con niveles de coacervación bajo. Estas micrografías permiten detallar que el par G-X presenta complejos con formas alargadas y de mayor tamaño que los complejos granulares de G–CMC en la Figura 19-A. En [57] reportaron resultados similares al estudiar la influencia del peso molecular de la goma xantana en el tamaño de los complejos formados. Con goma xantana de bajo peso molecular, se obtuvieron complejos más pequeños, mientras que se obtuvieron complejos mucho más grandes y más lineales con la goma xantana de alto peso molecular.

Las observaciones para estos dos sistemas, de su aspecto en solución y observado al microscopio, pone en evidencia que existe diferencia en la morfología de los coacervados obtenidos, bajo las condiciones de la mezcla. En la Figura 20, se observa el aspecto resultante de las coacervaciones de polímeros para los pares gelatina – goma xantana y gelatina – CMC. Se puede apreciar que el coacervado para la goma xantana toma formas de filamentos, los cuales se unen para formar coacervados más compactos al acercarse al punto máximo. Una observación al microscopio evidenció la forma hilada y continua de estas estructuras, como se aprecia en la imagen de la izquierda de la figura. Mientras que los coacervados del par gelatina - CMC, formaron coacervados en formas discretas, imagen mostrada a la derecha de la figura.



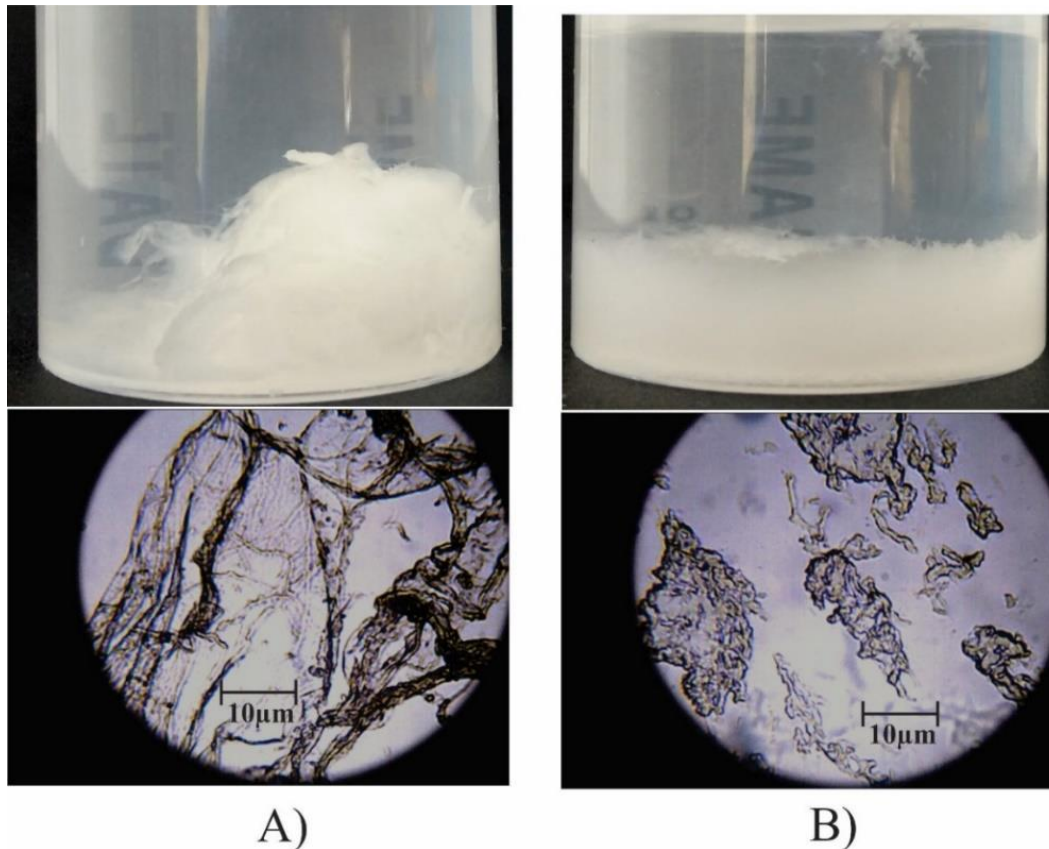


Figura 20. Morfología de los coacervados obtenidos para los pares A) gelatina - goma xantana en forma de filamentos y B) gelatina – CMC con formas irregulares discretas.

#### 5.1.4.1.3 Diagrama de proceso de operaciones para la microencapsulación de polvo de hojas de *M. oleifera*

Posteriormente a la exploración y establecimiento de las condiciones del proceso de coacervación de PHMO, se realizó el registro de dicho proceso utilizando la estructura y simbología del diagrama de proceso de operaciones. En la Figura 21, se muestra la propuesta desarrollada para la producción a nivel laboratorio de microcápsulas portadoras de PHMO, el cual fue implementado en el laboratorio de Materiales, Interfases y Fluidos de la UTM.

## Diagrama de proceso de operaciones para la producción de polvo de hojas de *M. oleifera* micro encapsulado

Número de diagrama: 1

Número de hoja: 1 de 3

Método: Propuesto

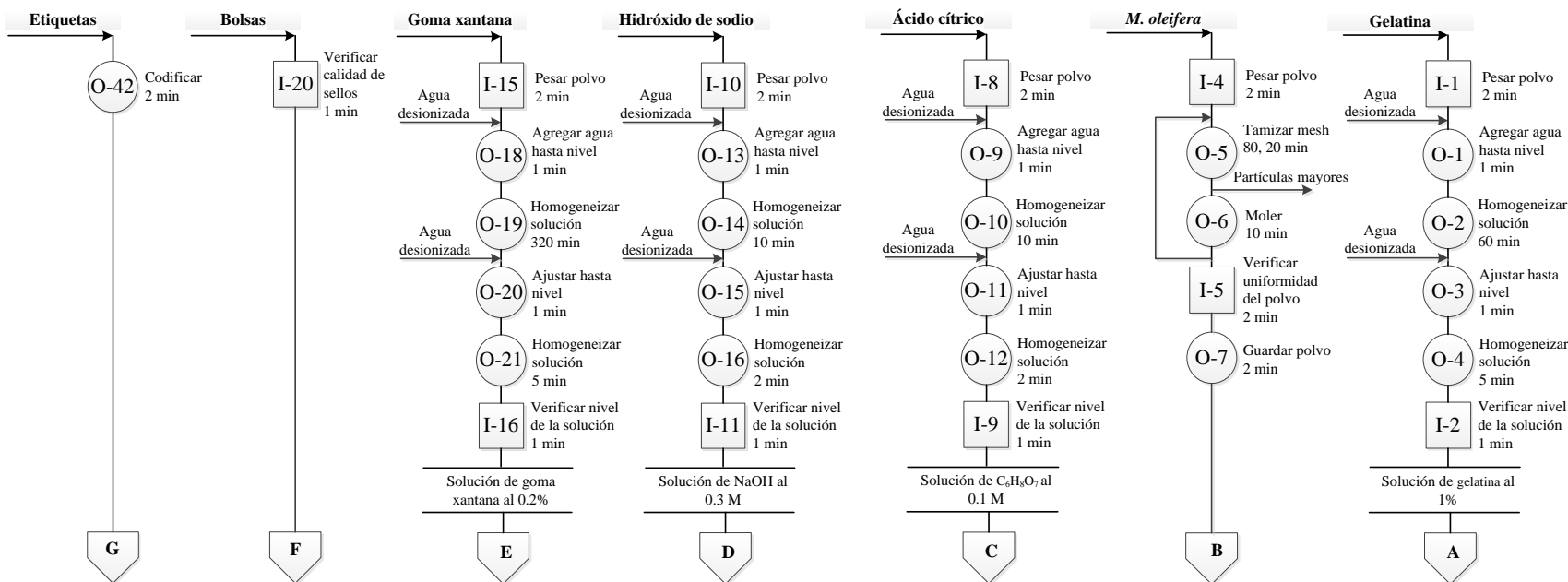
Producto: Polvo de *M. oleifera* micro encapsulado

Lugar: Laboratorio de Materiales, Interfases y Fluidos de la UTM

Elaborado por: Lorena Barragán Noriega

Actividad: Producción

Fecha: 10 de junio de 2019



**Diagrama de proceso de operaciones para la producción de polvo de hojas de *M. oleifera* micro encapsulado**

Número de diagrama: 1

Número de hoja: 2 de 3

Método: Propuesto

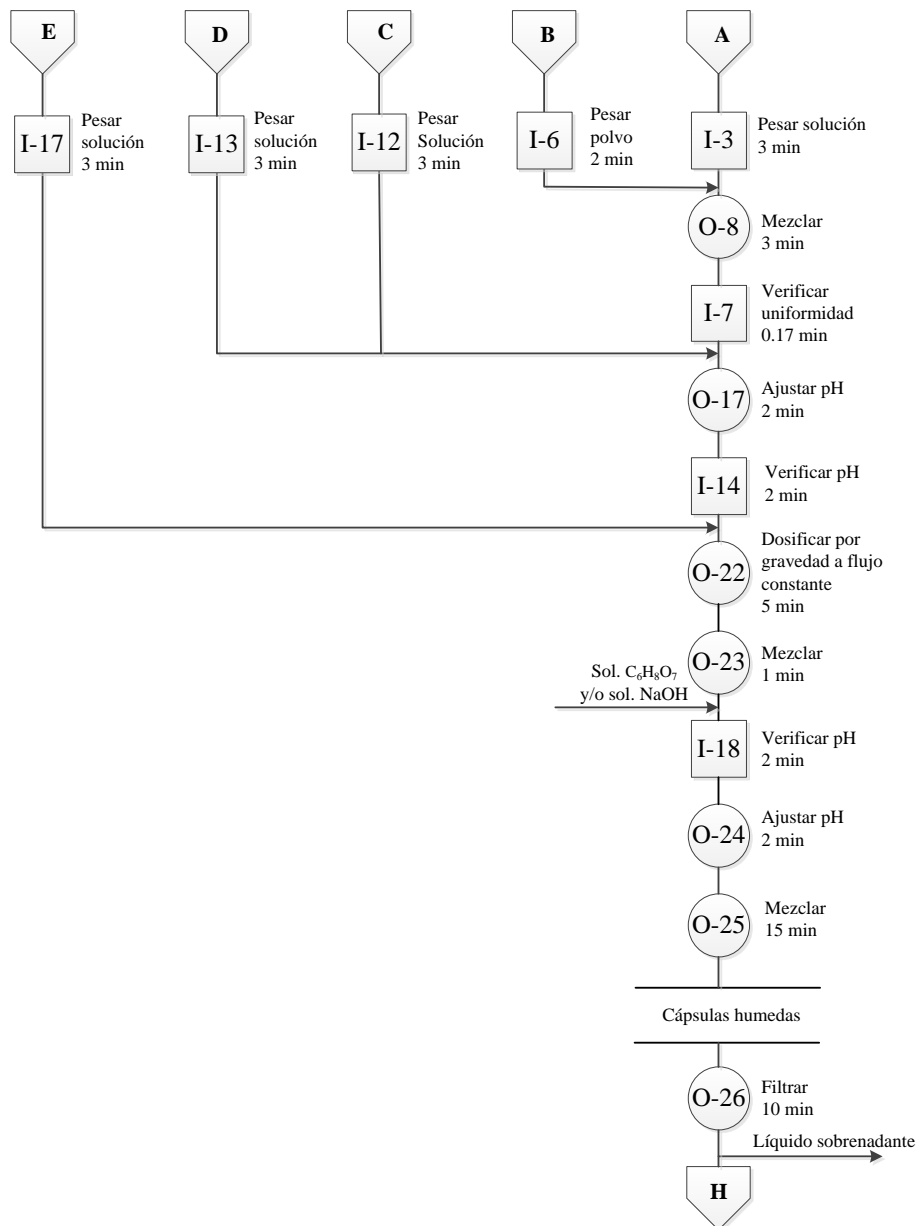
Producto: Polvo de *M. oleifera* micro encapsulado

Lugar: Laboratorio de Materiales, Interfases y Fluidos de la UTM

Elaborado por: Lorena Barragán Noriega

Actividad: Producción

Fecha: 10 de junio de 2019



**Diagrama de proceso de operaciones para la producción de polvo de hojas de *M. oleifera* micro encapsulado**

Número de diagrama: 1

Número de hoja: 3 de 3

Método: Propuesto

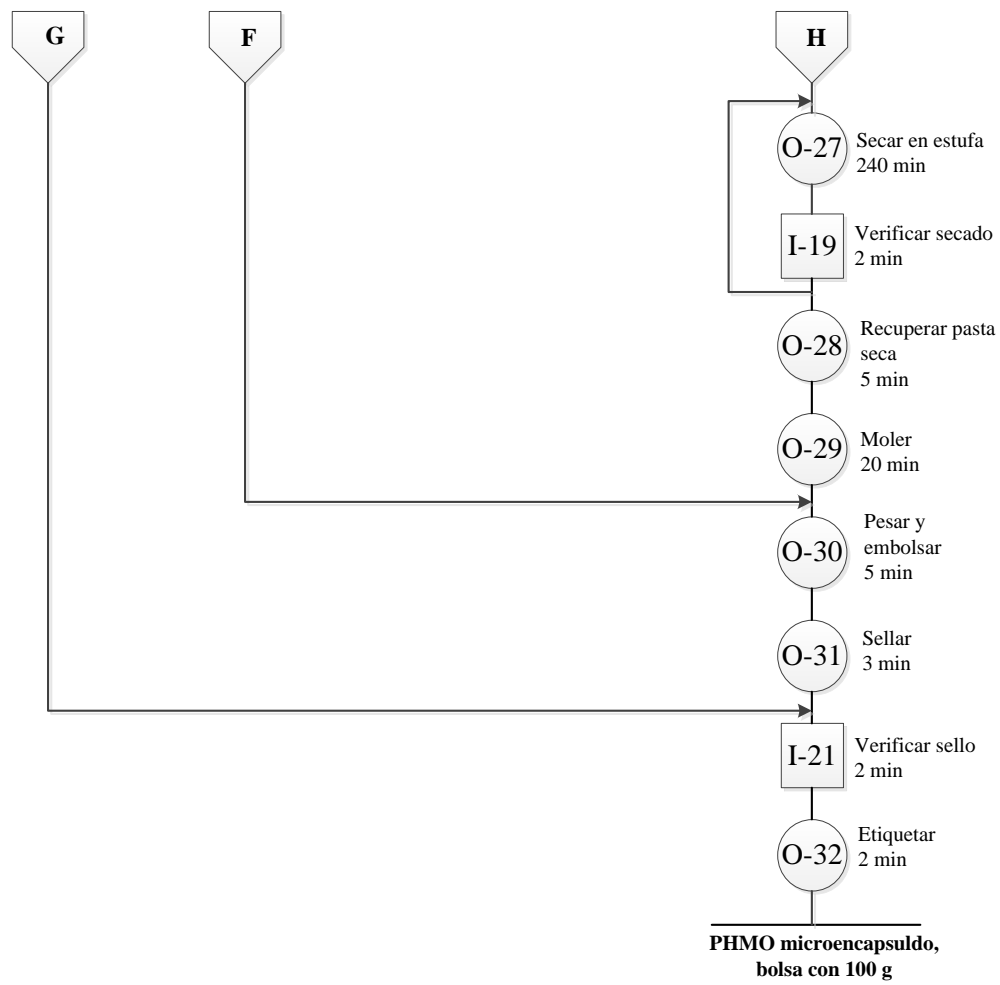
Producto: Polvo de *M. oleifera* micro encapsulado

Lugar: Laboratorio de Materiales, Interfases y Fluidos de la UTM

Elaborado por: Lorena Barragán Noriega

Actividad: Producción

Fecha: 10 de junio de 2019



Evento	Número	Tiempo (min)
Operaciones	32	769
Inspecciones	21	40.17

Figura 21. Diagrama de proceso de operaciones para la elaboración del PHMO encapsulado a nivel laboratorio.

## **Descripción del diagrama de operaciones del proceso para la microencapsulación de PHMO.**

Para el desarrollo y producción a nivel laboratorio del PHMO encapsulado se emplearon como componentes del producto: el polvo de hojas de *M. oleifera*, gelatina mezcla tipo A y B, goma xantana o CMC, NaOH o ácido cítrico y agua obtenida por ósmosis inversa. Como ya se mencionó, el PHMO posee cantidades apreciables de propiedades nutritivas, principalmente proteína. En esta investigación, se logró encapsular dicho polvo vegetal, siguiendo las etapas del proceso mostradas en el diagrama anterior. A continuación, se presenta la descripción de cada una de las operaciones del proceso establecido en el DOP de la Figura 21:

### **Preparación de solución gelatina al 1%**

**Pesar polvo (O-1):** en un recipiente graduado pesar la cantidad de gelatina en polvo a utilizar, correspondiente al 1% en solución acuosa.

**Agregar agua desionizada hasta nivel (O-2):** agregar la cantidad de agua desionizada necesaria al polvo de gelatina para lograr su disolución.

**Homogenizar solución (O-3):** someter bajo agitación magnética la mezcla de polvo de gelatina y agua desionizada para lograr la disolución.

**Ajustar hasta nivel con agua desionizada (O-4):** agregar agua desionizada necesaria para aforar la cantidad de solución preparada.

**Homogenizar solución (O-5):** someter a agitación magnética la mezcla para homogenizar el agua incorporada.

**Verificar nivel de la solución (I-1):** verificar que la solución se encuentre hasta el nivel graduado del contenedor.

### **Preparar polvo de *M. oleifera***

**Pesar polvo (O-7):** pesar la cantidad de polvo de *M. oleifera* a diferentes tamaños de partículas a utilizar en la coacervación.

**Tamizar mesh 80 (O-8):** pasar el polvo de *M. oleifera* por un tamiz de malla 80 para obtener partículas menores y hasta ese tamaño, consideradas adecuadas para la encapsulación. Por otro lado, separar las partículas mayores para un siguiente proceso.

**Moler (O-9):** triturar en un molino las partículas no filtradas, para volver a filtrar el polvo en el tamiz utilizado (malla 80). Realizar estos dos pasos hasta pasar todo el polvo por el tamiz.

**Verificar uniformidad del polvo (I-2):** verificar que el PHMO no esté mezclado con otro tamaño de partícula o con impurezas.

**Guardar polvo (O-10):** guardar en un lugar seco y oscuro el polvo tamizado.

### **Preparación de solución de ácido cítrico al 32%**

**Pesar polvo (O-13):** pesar en un recipiente graduado la cantidad de ácido cítrico en polvo a utilizar, correspondiente al 32% en solución acuosa.

**Agregar agua desionizada hasta nivel (O-14):** agregar la cantidad de agua desionizada necesaria al polvo de ácido cítrico para lograr su disolución.

**Homogenizar solución (O-15):** someter bajo agitación magnética la mezcla de polvo de ácido cítrico y agua desionizada hasta lograr la disolución.

**Ajustar hasta nivel con agua desionizada (O-16):** agregar agua desionizada necesaria para aforar la cantidad de solución preparada.

**Homogenizar solución (O-17):** someter a agitación magnética la mezcla para homogenizar el agua incorporada.

**Verificar nivel de la solución (I-4):** verificar que la solución se encuentre hasta el nivel graduado del contendor.

### **Preparación de solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 5M**

**Pesar polvo (O-19):** pesar en un recipiente graduado la cantidad de NaOH en polvo a utilizar, correspondiente al 5M en solución acuosa.

**Agregar agua desionizada hasta nivel (O-20):** agregar la cantidad de agua desionizada requerida al polvo de NaOH para lograr su disolución.

**Homogenizar solución (O-21):** someter bajo agitación magnética la mezcla de polvo de NaOH y agua desionizada hasta lograr la disolución.

**Ajustar hasta nivel con agua desionizada (O-22):** agregar agua desionizada necesaria para aforar la cantidad de solución preparada.

**Homogenizar solución (O-23):** someter bajo agitación magnética la mezcla para homogenizar el agua incorporada.

**Verificar nivel de la solución (I-5):** verificar que la solución se encuentre hasta el nivel graduado del contendor.

#### **Preparación de solución de goma xantana al 0.2%**

**Pesar polvo (O-26):** pesar en un recipiente graduado la cantidad de goma xantana en polvo a utilizar, correspondiente al 0.2% en solución acuosa.

**Agregar agua desionizada hasta nivel (O-27):** agregar la cantidad de agua desionizada necesaria al polvo goma xantana para lograr su disolución.

**Homogenizar solución (O-28):** someter bajo agitación magnética la mezcla de polvo de goma xantana y agua desionizada hasta lograr la disolución.

**Ajustar hasta nivel con agua desionizada (O-29):** agregar agua desionizada necesaria para aforar la cantidad de solución preparada.

**Homogenizar solución (O-30):** someter bajo agitación magnética la mezcla para homogenizar el agua incorporada.

**Verificar nivel de la solución (I-7):** verificar que la solución se encuentre hasta el nivel graduado del contendor.

#### **Bolsas**

**Verificar la calidad de los sellos (I-10):** verificar la calidad de los sellos de fondo y lateral según el tipo de bolsa a utilizar en el empaque de polvo de *M. oleifera* encapsulado.

#### **Etiquetas**

**Codificar (O-42):** generar e imprimir etiquetas para la identificación de cada lote de polvo encapsulado producido.

#### **Proceso para obtener cápsulas húmedas de polvo de *M. oleifera***

**Pesar solución gelatina (O-6):** en un recipiente adecuado para todo el proceso pesar la cantidad de solución gelatina al 1%, correspondiente a la relación polimérica establecida entre la gelatina y el polisacárido (65%).

**Pesar polvo de *M. oleifera* tamizado (O-11):** pesar la cantidad de polvo de *M. oleifera* a utilizar en la encapsulación. La cantidad pesada debe ser la correspondiente para obtener una relación *M. oleifera* – mezcla de polímeros (10 – 1).

**Mezclar (O-12):** bajo agitación magnética mezclar la cantidad previamente pesada de polvo de *M. oleifera* y de solución gelatina a ocupar en la coacervación, esto hasta obtener una mezcla homogénea.

**Verificar uniformidad (I-3):** observar que no queden grumos en la mezcla, en su defecto continuar agitando.

**Pesar solución de ácido cítrico (O-18):** pesar la cantidad de solución de ácido cítrico a utilizar en el ajuste de pH establecido para la encapsulación (a un valor de pH 3.6).

**Pesar solución de NaOH (O-24):** pesar la cantidad de solución de NaOH a utilizar en el ajuste de pH establecido para la encapsulación (a un valor de pH 3.6).

**Ajustar pH (O-25):** la mezcla obtenida de polvo de *M. oleifera* y solución de gelatina debe tener un valor de pH de 3.6, en su defecto se ajustar el pH utilizando solución de ácido cítrico o NaOH, según sea la necesidad de ajuste.

**Verificar pH (I-6):** verificar el pH de la mezcla.

**Pesar solución de goma xantana (O-31):** pesar la cantidad de solución de goma xantana al 0.2%, correspondiente a la relación polimérica establecida entre la gelatina y el polisacárido (35%).

**Dosificar por gravedad a flujo constante (O-32):** dosificar en la mezcla de gelatina y polvo de *M. oleifera* ajustada a un valor de pH de 3.6 la cantidad pesada de solución de goma xantana, esto a un flujo constante.

**Mezclar (O-33):** bajo agitación magnética mezclar la solución de goma xantana incorporada a la mezcla de gelatina y polvo de *M. oleifera* para obtener la precipitación del coacervado.

**Verificar pH (I-8):** verificar el pH de la mezcla.

**Ajustar pH (O-34):** verificar y reajustar el valor de pH de la coacervación, esta debe tener un valor de 3.6, en su defecto, ajustar el pH objetivo utilizando solución de ácido cítrico o NaOH, según sea la necesidad de ajuste.

**Mezclar (O-35):** mantener el coacervado bajo agitación magnética durante 15 min para lograr la máxima precipitación de los polímeros.



### **Proceso para obtener polvo de *M. oleifera* encapsulado**

**Filtrar líquido sobrenadante (O-36):** una vez terminado el tiempo de agitación de la coacervación, se debe separar y obtener las cápsulas húmedas formadas, filtrando y desechando el líquido sobrenadante no precipitado.

**Secar en estufa (O-37):** colocar el polvo húmedo encapsulado en una estufa a 70°C durante 4 h para su secado.

**Verificar secado (I-9):** una vez transcurrido el tiempo de secado se debe verificar si las cápsulas están secas, en caso contrario continuar con el secado.

**Recuperar pasta seca (O-38):** colocar todo el encapsulado seco en un recipiente.

**Moler (O-39):** moler el encapsulado seco hasta obtener un polvo.

**Pesar y embolsar (O-40):** pesar la cantidad (según la capacidad de la bolsa) de polvo de *M. oleifera* encapsulado y embolsarla adecuadamente para su almacenamiento.

**Sellar (O-41):** sellar adecuadamente las bolsas con polvo de *M. oleifera* encapsulado para su almacenamiento.

**Verificar sello (I-11):** verificar el sello del paquete para evitar desperdicios de PHMO encapsulado.

**Etiquetar (O-43):** colocar una etiqueta a cada bolsa con la información necesaria, para la identificación y control del producto.

## **5.2 Caracterización del polvo de hojas de *M. oleifera* microencapsulado**

En el presente proyecto, se lograron desarrollar 3 productos derivados de la coacervación compleja del PHMO:

Producto 1: PHMO microencapsulado obtenido del complejo polimérico formado entre la gelatina y la CMC en una relación 85% G – 15% CMC, precipitados en una solución ajustada a pH 4.2, posteriormente, el complejo formado fue sometido a un proceso de secado en estufa a 70 °C.

Producto 2 y 3: PHMO microencapsulado generados por la precipitación entre la gelatina y la goma xantana en una relación de 65% - 35% respectivamente, formado en una solución ajustada a pH de 3.6. La obtención del polvo se realizó por medio de dos procesos de secado: uno por estufa a 70 °C (Producto 2) y el otro por aspersión a 120 °C (producto 3).

Como se mencionó anteriormente, el secado de los productos se realizó por medio de la aplicación de dos métodos. En el caso de los productos 1 y 2 se obtuvieron por un secado en estufa, el cual requirió el filtrado previo del coacervado para lograr la remoción de la solución ácida sobrenadante, posteriormente la pasta obtenida fue secada a 70 °C. El producto 3 se obtuvo con secado por aspersión, el cual necesitó que la solución de alimentación al secador sea de al menos del 40% de sólidos dispersos, esto según las especificaciones establecidas por la técnica del equipo. Esto exigió el secado total de la solución ácida sobrenadante junto al coacervado, por lo tanto, se obtuvo un producto más ácido en relación a los productos 1 y 2.

Los valores obtenidos de humedad para ambos métodos de secado son de 5.78 %  $\pm$  0.01 para los secados en estufa (productos 1 y 2) de 3.35%  $\pm$  0.06 para el secado por aspersión, lo cual permitieron la entrega de productos que cumplen con el requerimiento del cliente con una humedad inferior al 10%. En cuanto a los resultados del contenido de cenizas, se muestra que existe una variación de su contenido en cada producto. Los productos secados en estufa resultaron tener valores un poco más bajos a comparación del secado por aspersión, esto debido a que se retiró la solución ácida sobrenadante antes del proceso de secado posiblemente arrastrando minerales solubles [58]. Mientras que el producto secado por aspersión conserva la mayor cantidad de minerales al igual que la muestra sin coacervar.

Por otro lado, los resultados de la determinación del contenido de proteína del PHMO encapsulado mostro que los 3 productos obtenidos contienen cantidades importantes de proteína semejantes al PHMO si encapsular.

En la Tabla 12, se muestran las condiciones de producción de PHMO microencapsulado efectuadas en el Laboratorio de Materiales, Interfaces y Fluidos para este proyecto, así como también, los resultados obtenidos del porcentaje de cenizas, proteína y humedad, constituyendo la caracterización fisicoquímica de los productos obtenidos; la cual fue realizada en el Laboratorio de Ciencia y Tecnología de Alimentos. La determinación de estos valores para el PHMO sin encapsular y los coacervados secados en estufa se obtuvieron por el personal del Laboratorio de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la UTM, mientras que para el coacervado y secado por aspersion, estos valores fueron determinado para un trabajo de tesis de licenciatura en curso [58].

Tabla 12. Resultados obtenidos de la determinación de proteína cruda, cenizas y porcentaje de humedad de las muestras de polvo de hojas de *M. oleifera* sin encapsular y encapsuladas.

Muestra	Condiciones de coacervado	Concentración Soluciones		Porcentaje de cenizas (%)	Porcentaje de proteína (%)	Porcentaje de humedad (%)
		gelatina	polisacárido			
PHMO	Sin encapsular			11.751 ± 0.04	28.21 ± 0.86	
Coacervado y secado en estufa gelatina – CMC	85% G – 15% CMC pH 4.2	1%	0.5%	7.432 ± 0.003	32.03 ± 0.01	5.78 ± 0.01
Coacervado y secado en estufa gelatina – goma xantana	65% G – 35% X pH 3.6	1%	0.2%	6.212 ± 0.004	32.64 ± 0.12	5.78 ± 0.01
Coacervado y secado por aspersion gelatina – goma xantana	65% G – 35% X pH 3.6	5%	0.25%	12.22 ± 0.03 *	26.78 ± 0.07 *	3.35 ± 0.06 *

\*Dato obtenido por [58].

En líneas generales, se pudo observar que las condiciones de coacervado lograron proteger las propiedades nutricionales de proteína y humedad del polvo de hojas de *M. oleifera*, sin embargo, el contenido de minerales determinado por el porcentaje de cenizas, se redujo aproximadamente en un 36.6% en los productos 1 y 2 secados en estufa, esto probablemente como consecuencia del proceso de filtrado y remoción del líquido sobrenadante resultante de la coacervación, a diferencia del producto secado por aspersion, en cuyo proceso el líquido sobrenadante se secó junto a las cápsulas.

Se piensa que la pérdida parcial de masa, debido a la remoción de la solución ácida sobrenadante, representa los constituyentes de la *M. oleifera* que pasan a solución durante el proceso de coacervación, tales como los componentes minerales (evidenciado por la disminución de cenizas), y posibles orgánicos solubles en agua, presentes en la composición de las hojas de *M. oleifera* [59]. Como se mostró en la tabla anterior, el resultado del contenido de proteína cruda de la muestra sin coacervar, es de  $28.21 \pm 0.86$  %, mientras que para las muestras coacervadas es de  $32.03 \pm 0.01$  para el producto 1 y de  $32.64 \pm 0.12$  para el producto 2, este aumento aparente del contenido proteico deja en evidencia que la masa perdida está compuesta en su mayoría por compuestos no proteicos, concentrando así la cantidad de proteína en las micro-cápsulas.

El coacervado con gelatina y goma xantana secado por aspersion (producto 3) presenta cantidades de proteína ligeramente menores a la muestra sin encapsular con  $26.78 \pm 0.07$  % frente a  $28.21 \pm 0.86$  %, posiblemente debido a las condiciones del proceso de secado, en donde el ácido de la solución que se secó junto a la muestra, forma parte de la masa final y produce una modificación aparente de los constituyentes de la *M. oleifera*. En la Tabla 18, ubicada en los anexos se muestra la composición de dicha coacervación.

### 5.2.1 Cuantificación del color

El efecto de la coacervación sobre el color del polvo de hojas de *M. oleifera* mostrado en la Figura 22, se caracteriza por un color verde brillante, mientras que las micro-cápsulas de las Figuras 23 - 25, presentaron una tonalidad marrón; estas características de color se detallan en la Tabla 13, con los índices obtenidos en las coordenadas CIEL\*a\*b\*, en especial el parámetro (a\*) que pasa de un valor negativo indicativo de tonos verdes para la *M. oleifera* seca, hacia un valor positivo indicando acercamiento a tonos marrones (rojos) para la *M. oleifera* micro-encapsulada. Al mismo tiempo, el parámetro (b\*) indica su permanencia cromática dentro de los tonos amarillos con una ligera disminución. Los autores [60], señalan como aceptación general en la literatura, que la principal causa de la decoloración del verde durante el procesamiento de los vegetales, es la conversión de clorofilas en feofitinas por la influencia del pH y el calentamiento [61]. Cuanto menor sea el pH, mayor será la concentración de iones de hidrógeno disociados y mayor la velocidad de cambio del color.

La conversión de clorofila en feofitina y feoforbida da como resultado un cambio de verde brillante a verde amarillo-oliva opaco que en el caso del brócoli se considera inaceptable [62], mientras que, para las aceitunas es percibido como un atributo de calidad [61].

El tono marrón de las micro-cápsulas se adquiere durante el proceso de coacervación a pH ácido o a altas temperaturas, sin embargo, la *M. oleifera* micro-encapsulada con estas características se podría utilizar para enriquecer alimentos con tonalidades oscuras similares, como pan, carnes, cereales de desayuno con chocolate, etc.

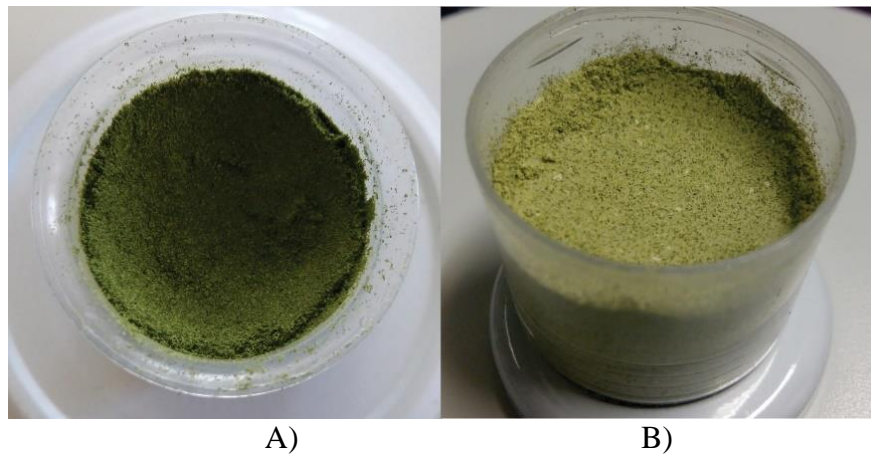


Figura 22. Diferencia del aspecto visual del polvo de hojas de *M. oleifera* solo (A) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total.

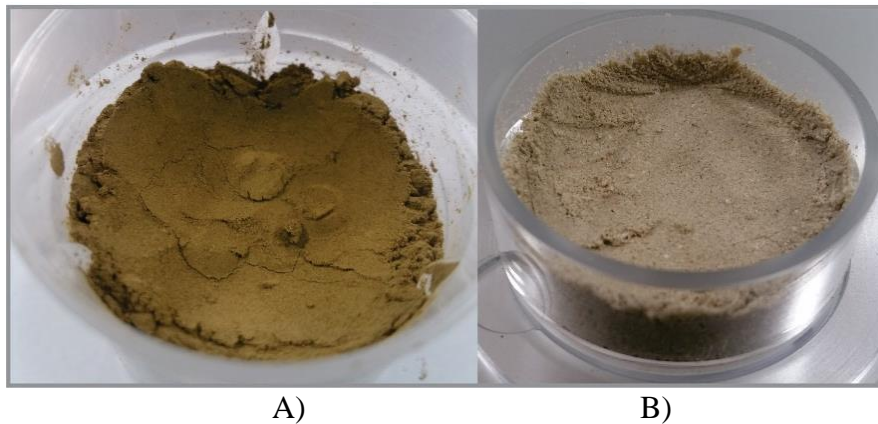


Figura 23. A) Producto encapsulado y secado por aspersión (65% gelatina – 35% goma xantana) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total.



A) B)

Figura 24. A) Producto encapsulado y secado en estufa (65% gelatina – 35% goma xantana) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total.



A) B)

Figura 25. A) Producto encapsulado y secado en estufa (85% gelatina – 15% CMC) y B) con mezcla de harinas (avena, trigo y maíz) a una relación 1-10 de la mezcla total.

Tabla 13. Resultados obtenidos de las mediciones de color en las coordenadas CIEL\*a (v-r) \*b (az-am)\* del sistema CIE.

	Polvo de hojas de <i>M. oleifera</i>		Polvo coacervado y secado por aspersión, 65% gelatina – 35% goma xantana, pH 3.6		Polvo coacervado y secado en estufa, 65% gelatina – 35% goma xantana, pH 3.6		Polvo coacervado y secado en estufa, 85% gelatina – 15% CMC, pH 4.2	
	Figura 22-A), solo	Figura 22-B), combinado con harinas	Figura 23-A), solo	Figura 23-B), combinado con harinas	Figura 24-A), solo	Figura 24-B), combinado con harinas	Figura 25-A), solo	Figura 25-B), combinado con harinas
(L*)	50.4	64.49	42.86	64.87	38.06	71.64	41.19	68.31
(a*)	<b>-7.77</b>	<b>-4.83</b>	<b>2.4</b>	<b>1.03</b>	<b>1.09</b>	<b>-0.56</b>	<b>0.36</b>	<b>-0.67</b>
(b*)	29.44	24.25	28.38	19.99	21.91	16.74	23.38	18.34
(ΔE)			12.71	5.50	16.96	11.21	13.70	8.18

El resultado obtenido de la diferencia de color ( $\Delta E$ ) de cada producto, se calculó tomando como referencia los valores medidos del PHMO sin encapsular, con la finalidad de poner en

evidencia el cambio de coloración producidos durante los procesos de coacervación, resultando un valor promedio de este cambio de 14.46 unidades en el espacio de color CIEL\*a\*b\* (para los polvos sin mezclas de harinas), variación que se observa de manera visual en las Figuras 22-25.

## 5.2.2 Morfología del PHMO microencapsulado

### Microscopía óptica

En la Figura 26, se muestra la morfología húmeda de las cápsulas portadoras de PHMO, en la figura A) se observa un recubrimiento estable y de forma hilada del par polimérico gelatina – goma xantana, por otro lado, en la figura B) se muestra un recubrimiento de forma granulada, correspondiente a la forma característica de cada polianión (goma xantana/CMC).

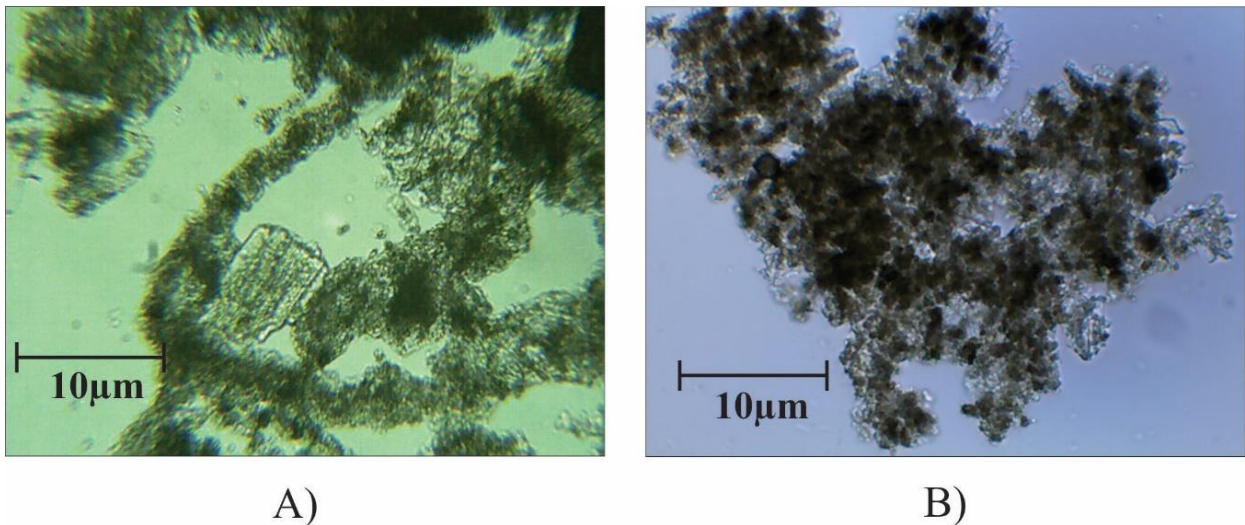
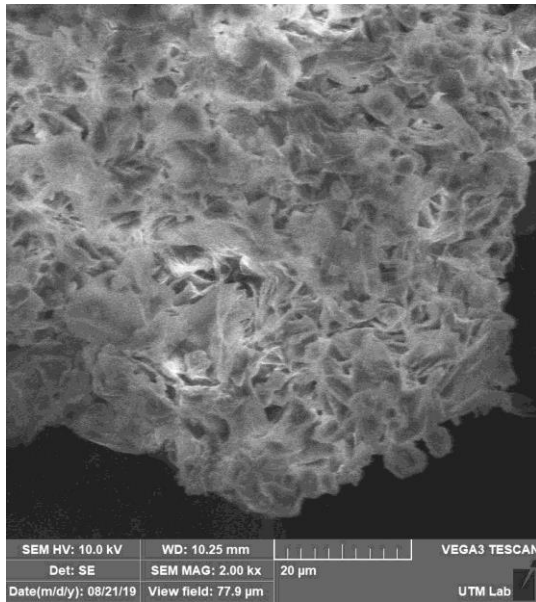


Figura 26. Morfología de los coacervados obtenidos para los pares A) 65 % gelatina – 35% goma xantana, pH 3.6. y B) 85% gelatina – 15% CMC, pH 4.2.

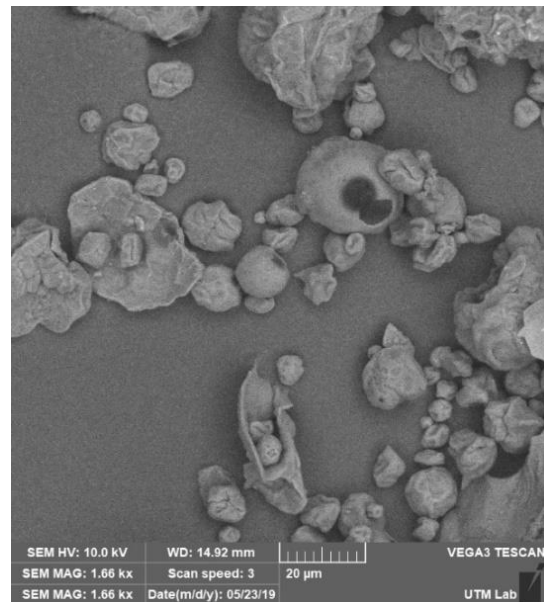
### Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La Figura 27, muestra las micrografías SEM de microcápsulas secas contenidas de PHMO, de las cuales la Figura 27-A, corresponde a la muestra de PHMO sin encapsular, en la cual se puede observar partículas de diferentes tamaños en forma de escamas. Por otro lado, la Figura 27-B, se observa una muestra coacervada y secada por aspersión, en donde las microcápsulas observadas presentan tamaños diferentes y de formas esféricas con superficies ligeramente arrugadas originadas por la contracción o deshidratación durante el secado. Por su parte en las Figuras 27-C y D, se observa una estructura similar en la superficie de las

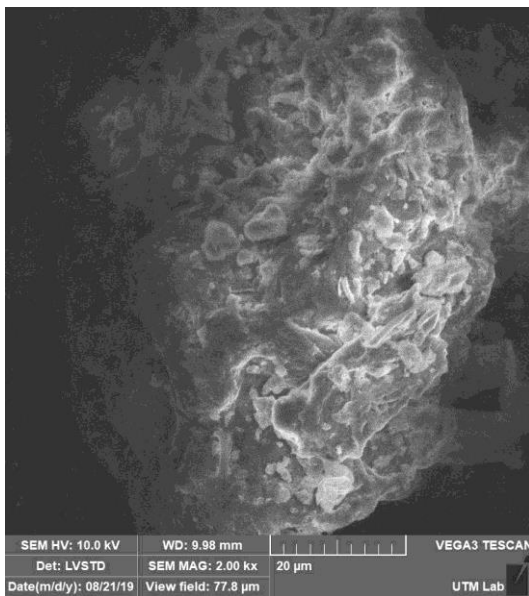
cápsulas de ambas muestras con formas menos esféricas que las cápsulas secadas por aspersión, esto debido a que ambas muestras fueron sometidas a procesos de secado en estufa y molienda para obtener la coacervación en polvo.



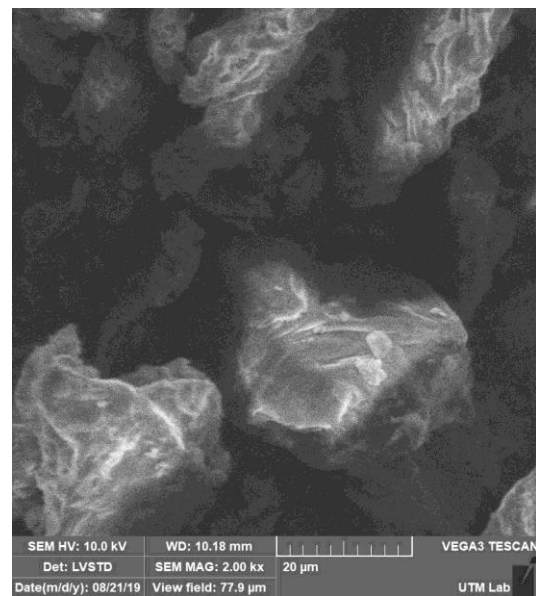
A (polvo solo). Polvo de hojas de *M. oleifera* sin encapsular.



B (G-X). Polvo de hojas de *M. oleifera* encapsulado y secado por aspersión (65% gelatina – 35% goma xantana), pH 3.6.



C (G-CMC). Polvo de hojas de *M. oleifera* encapsulado y secado en estufa (75% gelatina – 25% CMC), pH 4.2.



D (G-X). Polvo de hojas de *M. oleifera* encapsulado y secado en estufa (65% gelatina – 35% goma xantana), pH 3.6.

Figura 27. Morfología de los coacervados obtenidos y observados por SEM en donde se aprecia la forma y apariencia de cada muestra.



## Conclusión

---

La aplicación de la metodología del QFD en sus 3 primeras fases, junto al método de coacervación compleja, permitieron desarrollar y obtener tres (3) productos de polvo de hojas de *M. oleifera* encapsulada, diferenciados entre ellos por el tipo de polianión utilizado en la coacervación y el método de secado empleado para la obtención del polvo. En la primera fase del QFD, la casa de la calidad, se logró establecer las especificaciones técnicas, traduciendo los requerimientos del cliente; para la segunda fase se lograron establecer los parámetros determinantes para el desarrollo y medición de la eficiencia del producto final y, por último, en la tercera fase se establecieron los parámetros específicos que determinaron la eficiencia del proceso de producción de las cápsulas.

Finalmente, la determinación del contenido de proteína cruda, cenizas, porcentaje de humedad y del color de los productos obtenidos, permitió la entrega de las tres muestras de polvo de hojas de *M. oleifera* microencapsulada, en las cuales se pudo corroborar que se logró la protección de las propiedades nutritivas del PHMO sin encapsular, haciéndolos aptos para utilizarlos como complemento alimenticio o como materia prima de un producto elaborado principalmente a base de harinas.

## Bibliografía

---

- [1] M. P. Groover, “*Fundamentos de Manufactura Moderna*”, McGraw-Hill Interamericana de España S. L., 2007.
- [2] D. E. Berkowitz, M. Malagié, G. Jensen, “*Industria Alimentaria*”, Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSHT), 2012.
- [3] K. Arihara, “Functional Foods”, en *Encyclopedia of Meat Sciences*, M. Dikeman y C. Devine, Academic Press: London, vol. 2, 2014, pp. 32-36.
- [4] D. D. Ribeiro, B. D. Alvarenga, B. V. Fernandes and B. S. Vilela, “Encapsulation as a tool bioprocessing of functional foods”, *Current Opinion in Food Science*, vol. 13, pp. 31-37, febrero 2017.
- [5] M. Doyon, y J. Labrecque, "Functional foods: a conceptual definition", *British Food Journal*, vol. 110, no. 11, pp. 1133-1149, junio 2008.
- [6] H. M. Glenn, "QFD in the Food Processing Industry", *QFD Institute*, pp. 1-11, 2008.
- [7] A. L. Brody y J. B. Lord, “New product failure and success”, de *Developing New Food Products for a Changing Marketplace*, A. L. Brody y J. B. Lord, CRC Press, Pennsylvania, 2000, pp. 55-86.
- [8] R. García, “Ingeniería concurrente y tecnologías de la información”, *Ingenierías*, Vol. VII, no. 22. pp. 39-44, 2004.
- [9] M. Mishra, *Handbook of Encapsulation and Controlled Release*, edición 1, Florida: Taylor & Francis Group, 2016, pp. 3-22.
- [10] A. Costa y W. Jongen, "New insights into consumer-led food product development", *Trends in Food Science & Technology*, vol. 17, pp. 457-465, agosto 2006.
- [11] M. Benner, R. Geerts, A. Linnemann, W. Jongen, P. Folstar y H. Cnossen, "A chain information model for structured knowledge management: towards effective and efficient food product improvement", *Trends in Food Science & Technology*, vol. 14, pp. 469-477, noviembre 2003.
- [12] D. R. Kiran, “Quality Function Deployment”, de *Total Quality Management*, B. Guerin, HB, 2017, pp. 425-437.
- [13] A. J. Carnevalli y M. P. Cauchick, “Review, analysis and classification of the literature on QFD—Types of research, difficulties and benefits”, *Int. J. Production Economics*, vol.114, no.2, pp. 737-754, abril 2008.
- [14] S. Sayadi, Y. Errasch y C. Parra-López, “Translating consumer’s olive-oil quality attribute requirements into optimal olive-growing practices. A quality function deployment (QFD) approach”, *British Food Journal*, vol. 119, no. 1, pp. 190-214, 2017.
- [15] B. Niebel y A. Freivalds, “Herramientad para la solución de problemas”, de *Ingeniería Industrial: métodos, estándares y diseño del trabajo*, McGraw-Hill: México D. F., 2009, pp. 17-56.

- [16] B. Boh y B. Sumiga, "In situ polymerization microcapsules", *Bioencapsulation Innovations*, pp. 4-6, 2013.
- [17] S. Gouin, "Micro-encapsulation: Industrial appraisal of existing technologies and trends", *Trends Food Sci Technol*, vol. 15, no. 7-8, pp. 330-347, agosto 2004.
- [18] D. S. Badui, *Química de los alimentos*, 4ª ed. México : Pearson Educación, 2006.
- [19] R. Shepherd, "Polysaccharides", en *Food Additives*, J. Smith y L. Hong-Shum, Blackwell Publishing Ltd., 2011, pp. 683-751.
- [20] J. S. Patil, M. V. Kamalapur, S. C. Marapur, D. V. Kadam, "Iontropic gelation and polyelectrolyte complexation: the novel techniques to design hydrogel particulate sustained, modulated drug delivery system: a review", *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, vol. 5, no. 1, pp. 241-248, marzo 2010.
- [21] J. Morton, "The horseradish tree, *Moringa pterigosperma* (Moringaceae) - a boon to Arid Lands?", *Economic Botany*, vol. 45, no. 3, pp. 318-333, julio 1991.
- [22] L. Gopalakrishnan, K. Doriya, D. S. Kumar, "Moringa Oleifera: A Review on Nutritive Importance and its Medicinal Application", *Food Science and Human Wellness*, vol.5, no. 2, pp. 49-56, junio 2016.
- [23] L. J. Fuglie, "El árbol de Moringa: una solución local a la desnutricion", *Servicio Mundial de Iglesias en Senegal*, 2005.
- [24] P. T. Olagbemide y P. Alikwe, "Análisis proximal y composición química del núcleo de Moringa Oleifera crudo y desgrasado", *Adv. Life Sci. Technol.*, vol. 24, pp. 92-99, 2014.
- [25] Moringa Leaf Powder. [En línea] Disponible: <http://www.moringaleafpowder.co.za/analysis.html>.
- [26] L. Fluglie, "El árbol milaroso: Moringa Oleifera", *Servicio Mundia de Iglesias* , p. 172, 1999.
- [27] F. Anwar, S. Latif, M. Ashraf, A. H. Gilani, "Moringa Oleifera: una planta alimenticia con múltiples usos medicinales", *Phytother. Res.*, vol. 21, pp. 17-25, 2007.
- [28] D. Wu y S. Da-Wen, "Colour measurements by computer vision for food quality control – A review ", *Trends in Food Science & Technology*, vol. 29, no. 1, pp. 5-20, junio 2013.
- [29] K. Mathias-Rettig y K. Ah-Hen, "El color en los alimentos un criterio de calidad medible", *Agro Sur*, vol. 42, no.2, pp. 57-66, 2014.
- [30] A. M. Vásquez, "Estimación de las coordenadas CIEL\*a\*b\* en concentrados de tomate utilizando imágenes digitales", tesis de maestría, Facultad de Ingeniería y Administración, Universidad Nacional de Colombia, Palmira, Colombia, 2015.
- [31] F. J. Rodríguez-Pulido, B. Gordillo, M. L. González-Miret y F. J. Heredia "Analysis of food appearance properties by computer vision applying ellipsoids to colour data", *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 99, pp. 108-115, noviembre 2013.
- [32] N. A. Ibraheem, M. M. Hasan, R. Z. Khan y P. K. Mishra, "Understanding Color Models: A Review ", *ARPN Journal of Science and Technology*, vol. 2, no. 3, pp. 265-275, abril 2012.

- [33] C. Liboreiro, A. L. Daibert, “Employment of the Quality Function Deployment (QFD) Method in the Development of Food Products”, en *Scientific, Health and Social Aspects of the Food Industry*, B. Valdez, InTech: Rijeka, Croacia, 2012, p. 488.
- [34] S. Vatthanakul, A. Jangchud, K. Jangchud, N. Therdthai y B. Wilkinson, “Gold kiwifruit leather product development using Quality function deployment approach”, *Food Quality and Preference*, no. 21, pp. 339-345, abril 2010.
- [35] J. F. Cardoso, N. Casarotto y P. A. Cauchick, “Application of Quality Function Deployment for the development of an organic product”, *Food Quality and Preference*, vol. 40, pp. 180-190, marzo 2015.
- [36] T. Sengupta, D. Fernandez, M. Mishra, W. Sweeney y S. Yang, “Production of coated tobacco particles suitable for usage in a smokeless tobacco product”. United States Patente US 9,167,847 B2 , October, 27, 2015.
- [37] F. M. Sánchez, F. García, P. Calvo, M. J. Bernalte y D. González-Gómez, “Optimization of broccoli microencapsulation process by complex coacervation using response surface methodology”, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, vol. 34, abril 2016.
- [38] H. Bourekoua, R. Różyło, U. Gawlik-Dziki, L. Benatallah y M. a. D. D. Nasreddine Zidoune, “Evaluation of physical, sensorial, and antioxidant properties of gluten-free bread enriched with *Moringa Oleifera* leaf powder”, *Eur. Food Res. Technol.*, vol. 244, pp. 189-195, febrero 2018.
- [39] N. Zungu, A. Onselen, U. Kolanisi y M. Siwela, “Assessing the nutritional composition and consumer acceptability of *Moringa oleifera* leaf powder (MOLP)-based snacks for improving food and nutrition security of children”, *South African Journal of Botany*, pp. 1-8, agosto 2019.
- [40] A. I. A. Costa, “New insights into customer-oriented food product design”, tesis doctoral, Wageningen University, Wageningen, Países Bajos, 2003
- [41] D. Clausing, *Total Quality Development*, 1ª ed., New York: ASME PRESS, 1994, cap. 3 y 4, pp. 55-170.
- [42] S. Schatten, “The role of scanning electron microscopy in cell and molecular biology: SEM basics, past accomplishments, and new frontiers”, *Scanning Electron Microscopy for the Life Sciences*, S. Schatten, Cambridge University Press: Nueva York, 2012, pp. 1-10.
- [43] Z. Xiao, W. Liu, G. Zhu, R. Zhou y Y. Niu, “Production and characterization of multinuclear microcapsules encapsulating lavender oil by complex coacervation”, *Flavour and Fragrance Journal*, vol. 29, pp. 166-172, diciembre 2013.
- [44] W. Li, G. Wu, H. Chen y M. Wang, “Preparation and characterization of gelatin/SDS/NaCMC microcapsules with compact wall structure by complex coacervation”, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, vol. 333, no. 1-3, pp. 133-137, febrero 2009.
- [45] *Moringa Vitae*. [En línea] Disponible: <https://www.moringavitae.com.mx/>
- [46] *Vizana nutrition*. [En línea] Disponible: <https://vizananutrition.com/>
- [47] *BIOTESA*. [En línea]. Disponible: <https://www.biotesa.com/>.

- [48] L. Cuellar-Nueñes, I. Luzardo-Ocampo, R. Campos-Vega, M. Gallegos-Corona, E. Gonzales de Mejía y G. Loarca-Piña, “Physicochemical and nutraceutical properties of moringa (*Moringa oleifera*) leaves and their effects in an in vivo AOM/DSS-induced colorectal carcinogenesis model”, *Food Research International*, vol. 105, pp. 159-168, marzo 2018.
- [49] M. A. B. Alvarez, “Valor Nutricional de la Moringa oleífera. Mito o Realidad”, tesis de licenciatura, Ingeniería en Alimentos, USFQ, Quito, Ecuador, 2017.
- [50] D. J. Burgess y J. E. Carless, “Microelectrophoretic studies of gelatin and acacia gum for prediction of complex coacervation”, *J. Coll. Interf. Sci.*, vol. 88, no. 1, pp. 1-8, marzo 1984.
- [51] C. S. Wang, G. A. Natale, N. Virgilio y M. C. Heuzey, “Synergistic gelation of gelatin B with xanthan gum”, *Food Hydrocolloids*, vol. 60, pp. 374-383, octubre 2016.
- [52] E. Duhoranimana, E. Karangwa, L. Lai, X. Xu, J. Yu, S. Xia, X. Zhang, B. Muhoza y I. Habinshuti, “Effect of sodium carboxymethyl cellulose on complex coacervates formation with gelatin: Coacervates characterization, stabilization and formation mechanism”, *Food Hydrocolloids*, vol. 69, pp. 111-120, agosto 2017.
- [53] D. J. Burgess y O. N. Singh, “Spontaneous Formation of Small Sized Albumin/acacia Coacervate Particles”, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, vol. 45, pp. 586-591, julio 1993.
- [54] N. Devi y T. K. Maji, “Study of Complex Coacervation of Gelatin A with Sodium Carboxymethyl Cellulose: Microencapsulation of Neem (*Azadirachta indica* A. Juss.) Seed Oil (NSO)”, *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, vol. 60, no. 13, pp. 1091-1105, noviembre 2011.
- [55] C. Schmitt, L. Aberkane y S. C., “Protein–polysaccharide complexes and coacervates”, de *Handbook of Hydrocolloids*, G. O. Phillips y P. A. Williams, Woodhead Publishing, 2009, pp. 420-476.
- [56] C. Y. Lii, S. C. Liaw, V. M. Lai y P. Tomasik, “Xanthan gum–gelatin complexes”, *European Polymer Journal*, vol. 38, no. 7, pp. 1377-1381, julio 2002.
- [57] S. I. Laneuville, P. Paquin y S. L. Turgeon, “Formula Optimization of a Low-fat Food System Containing Whey Protein Isolate- Xanthan Gum Complexes as Fat Replacer”, *Journal of Food Science*, vol. 70, no. 8, pp. 513-519, septiembre 2005.
- [58] C. M. Sánchez, “Análisis comparativo de las propiedades fisicoquímicas de dos tipos de hojuelas de cereal extruidas y enriquecidas con *Moringa oleifera*”, Tesis de licenciatura aún no publicado, Ingeniería en alimentos, *Universidad Tecnológica de la Mixteca*, Huajuapán de León, Oax., 2020.
- [59] N. O. Nweze y F. I. Nwafor, “Phytochemical, Proximate and Mineral Composition of Leaf Extracts of *Moringa oleifera* Lam. from Nsukka, South-Eastern Nigeria”, *IOSR Journal of Pharmacy and Biological Sciences*, vol. 9, no. 1, pp. 99-103, febrero 2014.
- [60] N. Koca, F. Karadeniz y H. S. Burdurlu, “Effect of pH on chlorophyll degradation and colour loss in blanched green peas”, *Food Chemistry*, vol. 100, no.2, pp. 609-615, 2006.

- [61] M. I. Minguez-Mosquera, J. Garrido-Fernandez, y B. Gandul-Rojas, “Pigment changes in olives during fermentation and brine storage”, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 37, no. 1, pp. 8-11, enero 1989.
- [62] M. I. Gunawan, y S. A. Barringer, “Green colour degradation of blanched broccoli (*Brassica oleracea*) due to acid and microbial growth”, *Journal of Food Processing and Preservation*, vol. 24, no. 1, pp. 253-263, enero 2000.
- [63] D. C. Montgomery, “Métodos de superficies de respuesta y otros enfoques para la optimización de procesos”, de *Diseño y Análisis de Experimentos*, Limusa Wiley: México, 2004, pp. 427-500.
- [64] D. C. Montgomery, E. Peck, G. G. Vining. “*Introducción al análisis de regresión lineal*”, 3<sup>ra</sup> ed., México: Continental, 2006, pp. 44-46 y 61-145.

## Anexos

Las Tablas 14 y 15, muestran los tratamientos ejecutados en los barridos unidimensionales, en donde se evaluó la influencia de los factores pH y la relación de mezcla en los pares poliméricos G-CMC y G-X respectivamente, sobre el porcentaje de coacervación (%Coa.). Así como también, se presentan los valores reales de la respuesta (%Coa.) obtenidos de cada prueba ejecutada.

Tabla 14. Tratamientos ejecutados y respuesta obtenida de los barridos unidimensionales, evaluando el valor de pH y la relación polimérica de la pared de la capsula.

Prueba	Factores					Respuesta
	pH	% gelatina	pH ^ 2	% G ^ 2	%G * pH	% Coa.
1	2.80	65.00	7.840	4225.000	182.000	92.00
2	2.98	64.99	8.880	4223.700	193.670	82.00
3	3.00	65.00	9.000	4225.000	195.000	89.00
4	3.10	65.00	9.610	4225.000	201.500	84.00
5	3.20	64.99	10.240	4223.700	207.968	77.00
6	3.30	65.00	10.890	4225.000	214.500	70.00
7	3.40	65.00	11.560	4225.000	221.000	76.00
8	3.89	64.99	15.132	4223.700	252.811	28.00
9	4.20	65.00	17.640	4225.000	273.000	16.00
10	3.00	75.00	9.000	5625.000	225.000	82.00
11	3.20	74.99	10.240	5623.500	239.968	90.00
12	3.40	75.00	11.560	5625.000	255.000	102.00
13	3.61	74.99	13.032	5623.500	270.714	87.00
14	3.80	75.00	14.440	5625.000	285.000	48.00
15	4.00	75.00	16.000	5625.000	300.000	10.00
16	4.82	85.72	23.232	7347.918	413.170	69.40
17	3.40	85.67	11.560	7339.349	291.278	56.00
18	3.60	85.71	12.960	7346.204	308.556	66.00
19	3.79	85.68	14.364	7341.062	324.727	75.00
20	4.00	85.69	16.000	7342.776	342.760	80.00
21	4.20	85.68	17.640	7341.062	359.856	83.00
22	4.39	85.70	19.272	7344.490	376.223	82.00
23	4.59	85.71	21.068	7346.204	393.409	76.00

Tabla 15. Datos de respuesta obtenidos de la ejecución de los barridos unidimensionales del diseño, evaluando el valor de pH y la relación polimérica de la pared de la cápsula.

Prueba	Factores					Respuesta
	pH	% gelatina	PH <sup>2</sup>	G <sup>2</sup>	PH * G	%Coa.
1	3.4	50.0	11.56	2,498.35	169.94	80.2
2	3.4	49.7	11.56	2,465.87	168.84	70.7
3	3.4	50.0	11.56	2,501.95	170.07	70.5
4	3.4	50.0	11.63	2,499.33	170.48	70.5
5	3.6	50.0	12.96	2,500.00	180.00	70.5
6	3.6	50.0	13.03	2,500.00	180.50	72.0
7	3.8	50.0	14.44	2,500.82	190.03	65.2
8	3.8	50.0	14.52	2,500.15	190.51	66.7
9	4.0	50.0	16.08	2,499.48	200.48	61.5
10	4.2	50.0	17.64	2,499.55	209.98	55.5
11	3.9	65.0	15.21	4,224.88	253.50	92.6
12	4.3	65.0	18.49	4,224.64	279.49	71.1
13	4.5	65.0	20.25	4,225.01	292.50	71.8
14	4.8	65.0	22.94	4,225.01	311.35	59.2
15	5.1	65.0	26.01	4,222.92	331.42	63.7
16	2.7	65.0	7.29	4,224.17	175.48	84.4
17	3.0	65.0	9.00	4,224.01	194.98	97.0
18	3.3	64.9	10.89	4,212.31	214.18	92.4
19	3.6	65.0	12.96	4,224.26	233.98	98.5
20	3.9	65.0	15.21	4,223.17	253.45	99.2
21	4.2	65.0	17.56	4,225.30	272.36	98.5
22	4.5	65.0	20.25	4,225.13	292.50	69.6
23	4.8	65.0	23.04	4,225.17	312.01	70.4
24	3.0	70.5	9.00	4,971.80	211.53	87.7
25	3.4	70.8	11.63	5,005.85	241.26	88.7
26	3.6	70.6	13.03	4,985.67	254.90	87.5
27	3.8	70.8	14.44	5,016.90	269.15	97.8
28	4.2	71.2	17.64	5,076.19	299.24	97.4
29	4.4	70.2	19.18	4,932.57	307.62	105.5
30	4.4	70.5	19.36	4,968.02	310.13	81.1
31	4.6	71.3	20.79	5,083.46	325.12	84.4
32	3.0	75.2	9.24	5,660.46	228.72	65.6
33	3.4	74.9	11.63	5,612.93	255.48	66.9
34	3.8	75.1	14.06	5,636.73	281.54	75.2
35	4.2	74.9	17.64	5,616.91	314.77	90.1
36	4.6	75.0	21.25	5,626.38	345.79	85.6
37	5.0	74.9	25.30	5,611.22	376.79	75.5



## Ajuste del modelo por regresión lineal múltiple

### Evaluación de los parámetros del modelo

Con los resultados de los barridos unidimensionales se hizo un análisis de ajuste de regresión múltiple con ayuda del complemento StatPlus para Excel. El primer paso consistió en aplicar el *método de selección de los parámetros predictores*, el cual inicia con ajustar una regresión múltiple utilizando todas las variables predictoras potenciales y luego utilizando el estadístico “t de Student” se eliminan aquellas variables cuyos “t” calculados sea inferior a un “t” crítico para un nivel de significancia seleccionado (en nuestro caso 0.1). Las variables cuyo valor de  $t_K$  exceden el valor de t crítico (o su valor p calculado menor que el p crítico) son retenidas en el modelo [63], [64].

La aplicación de este método debe cuidar que todas las variables sean independientes. Cuando dos variables están correlacionadas, sus respectivos valores t serán pequeños y en consecuencia ambas se excluirían del modelo, mientras que lo ideal sería excluir solo una de ellas. Es por ello, que la eliminación de las variables se realizó una a una, analizando en cada paso una nueva regresión y análisis de los parámetros restantes. “Con frecuencia, parece adecuado un modelo de regresión sin ordenada al origen para analizar datos de procesos químicos y de manufactura” [64], como por ejemplo en nuestro caso, donde el porcentaje de la coacervación debe ser cero, cuando el porcentaje de Gelatina es cero. Sin embargo, “para evitar usar mal el modelo sin ordenada al origen, en especial en casos donde los datos están en una región del espacio x alejada del origen”, “se pueden ajustar ambos modelos, y escoger entre ellos de acuerdo con la calidad del ajuste obtenido” [64].

### Ajuste a todas las posibles regresiones

El segundo paso fue la aplicación del método que consiste en ajustar todas las posibles regresiones a los datos disponibles, con los descriptores seleccionados en el paso uno, y luego seleccionar la mejor ecuación de acuerdo a un criterio estadístico preestablecido. Los criterios más comunes utilizados para elegir el mejor modelo de regresión son [63], [64]:

*Coefficiente de determinación ( $R^2$ ) ajustado:* Se elige el modelo con el valor más grande de  $R^2$ . Sin embargo, como el valor de  $R^2$  aumenta con el número de variables predictoras en el modelo, aunque no sean significativas, este efecto ilusorio del  $R^2$  es eliminado ajustando su

valor por el número de parámetros en el modelo; de tal forma que si una variable no es significativa hará que el valor de  $R^2$  ajustado, disminuya.

*Cuadrado medio del error: MSE;* Para seleccionar el modelo de regresión que mejor se ajusta a los datos se debe buscar aquel modelo que minimice el cuadrado medio del error, o aquel modelo cuyo MSE sea tan cercano al mínimo que no se justifica la inclusión a una nueva variable predictora.

*Suma de cuadrados del error de predicción PRESS* es una medida de la adecuación con que es posible que el modelo del experimento predecirá las respuestas en un nuevo experimento. Son deseables valores pequeños de PRESS.

Las siguientes Tablas 16 y 17, muestran la información del análisis de ajuste de regresión múltiple obtenida con ayuda del complemento StatPlus de Excel para la primera y la última de las regresiones planteadas.

Tabla 16. Información obtenida del análisis de los datos por ajuste de regresión lineal múltiple con ayuda del complemento StatPlus de Excel.

Regresión Lineal											
Variable dependiente	% de coacer										
Variables independientes	pH, % Gelatina, % G <sup>2</sup> , pH <sup>2</sup> , %g <sup>2</sup> pH										
N	37										
Estadísticos de Regresión											
R	0.85480	R-Cuadrado	0.73068								
MSE	0.00565	S	0.07518								
Durbin-Watson (DW)	1.59624	Log-verosimilitud	46.52136								
Criterio de inf. de Akaike (AIC)	-2.19034	AICc	-2.13803								
Criterio de Schwarz (BIC)	-1.92911	Criterio de Hannan-Quinn (HQC)	-2.09825								
PRESS	0.23635	PRESS RMSE	0.07992								
		R-Cuadrado Ajustado	0.68724								
		MAPE	6.97609								
$\% \text{ de coacer} = -1,44146 - 0,12529 * \text{pH} + 8,33184 * \% \text{ Gelatina} - 11,61593 * \% \text{ G}^2 - 0,15150 * \text{pH}^2 + 1,83705 * \% \text{g}^2\text{pH}$											
ANOVA											
	d.f.	SS	MS								
Regresión	5	0.47542	0.09508								
Residuo	31	0.17524	0.00565								
Total	36	0.65066									
			F								
			16.82102								
			Valor p								
			4.91427E-8								
Coeficientes											
		Err.Est.	LCL	UCL	Estadístico t	Valor p	H0 (1%)	VIF	TOL		
Intercepto	-1.44146	1.13801	-4.56419	1.68128	-1.26665	0.21471	aceptado	**	**		
pH	-0.12529	0.32917	-1.02854	0.77796	-0.38062	0.70608	aceptado	**	**		
% Gelatina	8.33184	2.52801	1.39488	15.26880	3.29581	0.00246	rechazado	**	**		
% G <sup>2</sup>	-11.61593	2.10547	-17.39342	-5.83845	-5.51704	4.87623E-6	rechazado	**	**		
pH <sup>2</sup>	-0.15150	0.03388	-0.24445	-0.05854	-4.47216	0.00010	rechazado	**	**		
%g <sup>2</sup> pH	1.83705	0.36144	0.84524	2.82886	5.08256	0.00002	rechazado	**	**		
T (1%)	2.74404										
LCL - Limite inferior del intervalo de confianza del 99%											
UCL - Limite superior del intervalo de confianza del 99%											
** - Pro versión requerida, actualiza por favor.											
Diagnósticos de colinealidad											
	#	Valor propio	Índice de condición	Intercepto	pH	Proporciones de varianza					
						% Gelatina	% G <sup>2</sup>	pH <sup>2</sup>	%g <sup>2</sup> pH		
	1	5.88486	1.00000	3.33155E-6	2.58191E-6	1.64508E-6	5.20641E-6	0.00001	5.07553E-6		
	2	0.07569	8.81759	0.00002	0.00010	0.00010	0.00079	0.00293	0.00002		
	3	0.03914	12.26256	0.00161	0.00013	0.00001	0.00094	0.00080	0.00064		
	4	0.00021	167.49903	0.00133	0.04808	0.01267	0.04482	0.72903	0.40758		
	5	0.00007	288.04848	0.03555	0.54996	0.14122	0.50089	0.10009	0.41720		
	6	0.00003	427.48464	0.96149	0.40172	0.84600	0.45257	0.16714	0.17456		
Residuos											
	Observación	% de coacer	Y Predicha	Residuo	Estandarizados [Excel]	Estudentizados	Eliminados (t)	Palanca	Cook's D	DFIT	PRESS
	1	0.70727	0.75591	-0.04864	-0.69718	-0.70571	-0.69988	0.15957	0.01576	-0.30496	-0.05788
	2	0.80195	0.76570	0.03626	0.51966	0.52396	0.51773	0.15294	0.00826	0.21999	0.04280
	3	0.70461	0.76676	-0.06216	-0.89093	-0.89793	-0.89504	0.15227	0.02414	-0.37933	-0.07332
	4	0.70466	0.76360	-0.05894	-0.84484	-0.84970	-0.84579	0.14870	0.02102	-0.35349	-0.06924
	5	0.70454	0.71274	-0.00820	-0.11750	-0.11513	-0.11328	0.10311	0.00025	-0.03841	-0.00914
	6	0.71975	0.70975	0.01000	0.14331	0.14036	0.13812	0.10229	0.00037	0.04662	0.01114
	7	0.65209	0.64748	0.00461	0.06605	0.06514	0.06408	0.11452	0.00009	0.02305	0.00520
	8	0.66729	0.64363	0.02365	0.33904	0.33478	0.32993	0.11680	0.00247	0.11998	0.02678
	9	0.61472	0.56507	0.04965	0.71165	0.73402	0.72844	0.19057	0.02114	0.35345	0.06134
	10	0.55467	0.47948	0.07519	1.07774	1.21315	1.22281	0.32040	0.11564	0.83960	0.11064
	11	0.84417	0.84796	-0.00379	-0.05429	-0.06618	-0.06510	0.42036	0.00053	-0.06544	-0.00654
	12	0.96992	0.90952	0.06041	0.86582	0.89146	0.88843	0.18770	0.03061	0.42707	0.07437
	13	0.92432	0.94441	-0.02009	-0.28792	-0.28448	-0.28022	0.11793	0.00180	-0.10246	-0.02277
	14	0.98476	0.95078	0.03398	0.48704	0.47918	0.47314	0.11040	0.00475	0.16668	0.03820
	15	0.99215	0.93049	0.06166	0.88382	0.86924	0.86572	0.10976	0.01553	0.30398	0.06927
	16	0.92560	0.93054	-0.00494	-0.07087	-0.06970	-0.06857	0.10968	0.00010	-0.02407	-0.00555
	17	0.98500	0.88509	0.09990	1.43194	1.39797	1.42075	0.09653	0.03480	0.46441	0.11058
	18	0.71084	0.86112	-0.15029	-2.15407	-2.09654	-2.22631	0.09098	0.07332	-0.70434	-0.16533
	19	0.71827	0.80828	-0.09001	-1.29009	-1.25490	-1.26709	0.08991	0.02593	-0.39826	-0.09890
	20	0.69607	0.80830	-0.11223	-1.60856	-1.56466	-1.60385	0.08990	0.04030	-0.50407	-0.12331
	21	0.59239	0.71009	-0.11770	-1.68695	-1.69535	-1.75093	0.14741	0.08282	-0.72805	-0.13804
	22	0.70356	0.70627	-0.00271	-0.03890	-0.03919	-0.03855	0.15147	0.00005	-0.01629	-0.00320
	23	0.63674	0.57652	0.06021	0.86303	1.01777	1.01837	0.38082	0.10618	0.79866	0.09725
	24	1.05480	0.87650	0.17830	2.55651	2.45857	2.69564	0.06957	0.07533	0.73712	0.19163
	25	0.81144	0.87337	-0.06192	-0.88754	-0.85440	-0.85058	0.07079	0.00927	-0.23477	-0.06664
	26	0.87692	0.80483	0.07209	1.03322	1.06083	1.06305	0.18313	0.04205	0.50333	0.08825
	27	0.87462	0.90630	-0.03168	-0.45406	-0.43891	-0.43312	0.07840	0.00273	-0.12633	-0.03437
	28	0.88690	0.88203	0.00487	0.06985	0.06766	0.06656	0.08222	0.00007	0.01992	0.00531
	29	0.97819	0.91319	0.06500	0.93158	0.90203	0.89924	0.08154	0.01204	0.26793	0.07077
	30	0.97358	0.89686	0.07672	1.09963	1.06327	1.06559	0.07899	0.01616	0.31206	0.08330
	31	0.84414	0.84526	-0.00112	-0.01599	-0.01552	-0.01527	0.08649	3.80246E-6	-0.00470	-0.00122
	32	0.65551	0.67264	-0.01714	-0.24564	-0.29427	-0.29899	0.39895	0.00962	-0.23867	-0.02856
	33	0.66942	0.78514	-0.11572	-1.65860	-1.71944	-1.77840	0.19875	0.12223	-0.88573	-0.14442
	34	0.75202	0.53818	-0.08616	-1.23496	-1.25772	-1.26797	0.16712	0.05273	-0.56799	-0.10345
	35	0.90113	0.86230	0.03883	0.55651	0.56346	0.55716	0.16002	0.01008	0.24318	0.04622
	36	0.85559	0.82781	0.02778	0.39818	0.41704	0.41141	0.21501	0.00794	0.21532	0.03539
	37	0.75471	0.74039	0.01432	0.20519	0.26008	0.25613	0.46398	0.00976	0.23830	0.02671
	Mínimo	0.55467	0.47948	-0.15029	-2.15407	-2.09654	-2.22631	0.06957	3.80246E-6	-0.88573	-0.16533
	Máximo	1.05480	0.95078	0.17830	2.55651	2.45857	2.69564	0.46398	0.12223	0.83960	0.19163
	Media	0.79471	0.79471	0.00000	0.00000	0.00655	0.00520	0.16216	0.02692	0.01717	0.00117
Test de Breusch-Pagan-Godfrey (BPG)											
	Estadístico de t	6.47421	Valor p	0.26277	H0 (1%)	No se puede rechazar					
	F	1.31496	Valor p	0.28343							
Test de White (Todos los términos cruzados)											
	Estadístico de t	18.46992	Valor p	0.55648	H0 (1%)	No se puede rechazar					
	F	0.79740	Valor p	0.68788							

Tabla 17. Información del análisis de ajuste de regresión múltiple obtenida con ayuda del complemento StatPlus para Excel, para la regresión seleccionada según los parámetros de mejor ajuste y conformada sólo con las variables predictoras retenidas.

Regresión Lineal										
Variable dependiente	% de coacer									
Variables independientes	% Gelatina, % G <sup>2</sup> , pH <sup>2</sup> , %g*pH									
N	37									
Estadísticos de Regresión										
R	0.99563	R-Cuadrado	0.99127							
MSE	0.00635	S	0.07971							
Durbin-Watson (DW)	1.31523	Log-verosimilitud	43.20188							
Criterio de inf. de Akaike (AIC)	-2.11902	AICc	-2.08626							
Criterio de Schwarz (BIC)	-1.94487	Criterio de Hannan-Quinn (HQC)	-2.05762							
PRESS	0.26578	PRESS RMSE	0.08475							
		R-Cuadrado Pronosticado	0.98893							
$\% \text{ de coacer} = 2,70146 * \% \text{ Gelatina} - 6,97789 * \% \text{ G}^2 - 0,16455 * \text{pH}^2 + 1,81276 * \% \text{g} * \text{pH}$										
ANOVA										
	d.f.	SS	MS	F						
Regresión	4	23.80886	5.95222	936.79739						
Residuo	33	0.20968	0.00635							
Total	37	24.01854								
ANOVA (continuación)										
	Coefficientes	Err.Est.	LCL	UCL						
Intercepto	0									
% Gelatina	2.70146	0.21202	2.12195	3.28097						
% G <sup>2</sup>	-6.97789	0.98604	-9.67848	-4.27731						
pH <sup>2</sup>	-0.16455	0.02624	-0.23628	-0.09282						
%g*pH	1.81276	0.30431	0.98100	2.64452						
T (1%)	2.73328									
LCL - Límite inferior del intervalo de confianza del 99%										
UCL - Límite superior del intervalo de confianza del 99%										
** - Pro versión requerida, actualiza por favor.										
Diagnósticos de colinealidad										
#	Valor propio	Índice de condición	Proporciones de varianza							
			% Gelatina	% G <sup>2</sup>	pH <sup>2</sup>					
1	3.92554	1.00000	0.00059	0.00006	0.00006					
2	0.06746	7.62817	0.01562	0.00423	0.00785					
3	0.00682	23.98662	0.85084	0.03790	0.00017					
4	0.00018	148.69632	0.13294	0.95781	0.99192					
					%g*pH					
					0.00002					
					0.00008					
					0.00393					
					0.99597					
Residuos										
Observación	% de coacer	Y Predicha	Residuo	Estandarizados [Excel]	Estudendizados	Eliminados (t)	Palanca	Cook's D	DFIT	PRESS
1	0.70727	0.77920	-0.07193	-0.93581	-0.95322	-0.95186	0.10379	0.02631	-0.32393	-0.08026
2	0.80195	0.78543	0.01653	0.22327	0.21905	0.21586	0.10403	0.00139	0.07396	0.01845
3	0.70461	0.78611	0.08150	-1.06124	-1.06023	-1.06306	0.10406	0.03388	-0.36911	-0.99097
4	0.70466	0.78347	0.07881	-1.02598	-1.04386	-1.04532	0.10286	0.03123	-0.35393	-0.87874
5	0.70454	0.73664	-0.03210	-0.41393	-0.42102	-0.41571	0.08495	0.00411	-0.12666	-0.30508
6	0.71975	0.73384	-0.01410	-0.17799	-0.18480	-0.18208	0.08438	0.00079	-0.05527	-0.01539
7	0.65209	0.67460	-0.02251	-0.28830	-0.29527	-0.29115	0.08495	0.00202	-0.08871	-0.02460
8	0.66729	0.67097	-0.00368	-0.04149	-0.04827	-0.04753	0.08581	0.00005	-0.01456	-0.00402
9	0.61472	0.59469	0.02003	0.26922	0.26861	0.26480	0.12454	0.00257	0.09988	0.02288
10	0.55467	0.51022	0.04445	0.58915	0.62946	0.62361	0.21516	0.02715	0.32651	0.05664
11	0.84417	0.78970	0.05447	0.72046	0.75068	0.74561	0.17131	0.02912	0.33900	0.06573
12	0.96992	0.86178	0.10814	1.42376	1.44735	1.44735	0.09216	0.05145	0.46115	0.11912
13	0.92432	0.90457	0.01975	0.26555	0.25722	0.25355	0.07174	0.00128	0.07049	0.02128
14	0.98476	0.91706	0.06771	0.89389	0.87954	0.87645	0.06736	0.01397	0.23554	0.07259
15	0.99215	0.90022	0.09194	1.21139	1.18908	1.19695	0.05912	0.02221	0.30002	0.09771
16	0.92560	0.90031	0.02529	0.33808	0.32708	0.32261	0.05913	0.00168	0.09808	0.02688
17	0.98500	0.85599	0.12900	1.69707	1.65817	1.70545	0.04740	0.03420	0.38042	0.13542
18	0.71084	0.83186	-0.12103	-1.57918	-1.55399	-1.58953	0.04532	0.02866	-0.34632	-0.12677
19	0.71827	0.77796	-0.05968	-0.77533	-0.76925	-0.76439	0.05261	0.00822	-0.18014	-0.06300
20	0.69607	0.77797	-0.08190	-1.06651	-1.05567	-1.05757	0.05261	0.01547	-0.24922	-0.08645
21	0.59239	0.67634	-0.08395	-1.09338	-1.11918	-1.12363	0.11435	0.04043	-0.40375	-0.09479
22	0.70356	0.67238	0.03118	0.41530	0.41656	0.41129	0.11810	0.00581	0.15051	0.03536
23	0.63674	0.53666	0.10008	1.31809	1.50903	1.54008	0.30774	0.25306	0.12683	0.14457
24	1.05480	0.87495	0.17985	2.36331	2.33755	2.51991	0.06833	0.10018	0.68242	0.19303
25	0.81144	0.87368	-0.06224	-0.80883	-0.80981	-0.80549	0.07030	0.01240	-0.22149	-0.06694
26	0.87692	0.78918	0.08773	1.15632	1.21063	1.21954	0.17342	0.07687	0.55880	0.10614
27	0.87462	0.90480	-0.03019	-0.38883	-0.39115	-0.38608	0.06267	0.00256	-0.09983	-0.33220
28	0.88690	0.87844	0.00846	0.11759	0.11027	0.10860	0.07304	0.00024	0.03049	0.00913
29	0.97819	0.91571	0.06247	0.82534	0.80996	0.80564	0.06359	0.01114	0.20995	0.06672
30	0.97358	0.90441	0.06916	0.91298	0.90078	0.89813	0.07212	0.01576	0.25039	0.07454
31	0.84414	0.85096	-0.00682	-0.08266	-0.08928	-0.08792	0.08136	0.00018	-0.02617	-0.00742
32	0.65551	0.70805	-0.05254	-0.68176	-0.82443	-0.82033	0.36074	0.09588	-0.61624	-0.82119
33	0.66942	0.82502	-0.15560	-2.03219	-2.10142	-2.22345	0.13706	0.17534	-0.88613	-1.8031
34	0.75202	0.88466	-0.13263	-1.73127	-1.74382	-1.80224	0.08947	0.07470	-0.56494	-1.14567
35	0.90113	0.90862	-0.00750	-0.09152	-0.09899	-0.09750	0.09752	0.00026	-0.03205	-0.00831
36	0.85559	0.87165	-0.01606	-0.20371	-0.21500	-0.21186	0.12195	0.00160	-0.07895	-0.01829
37	0.75471	0.77513	-0.02042	-0.26087	-0.28205	-0.27808	0.17495	0.00422	-0.12805	-0.02475
Mínimo	0.55467	0.51022	-0.15560	-2.03219	-2.10142	-2.22345	0.04532	0.00005	-0.88613	-1.8031
Máximo	1.05480	0.91706	0.17985	2.36331	2.33755	2.51991	0.36074	0.25306	1.02683	0.19303
Media	0.79471	0.79522	-0.00051	0.00000	-0.00495	-0.00296	0.10811	0.03261	0.00300	-0.00025
Test de Breusch-Pagan-Godfrey (BPG)										
Ho: Homocedasticidad de los errores										
Estadístico de It	3.15963	Valor p	0.53148 HO (1%)							do se puede rechazar
F	0.74895	Valor p	0.56729							
Test de White (Todos los términos cruzados)										
Ho: Homogeneidad de los errores										
Estadístico de It	9.36745	Valor p	0.80682 HO (1%)							do se puede rechazar
F	0.53272	Valor p	0.88688							
Pruebas de Normalidad										
Ho: Distribución normal de los residuos										
Prueba	Estadístico de la Prueba	Valor p	HO (1%)							
W de Shapiro-Wilk	0.99153	0.99215	No se puede rechazar							
Shapiro-Franca	0.99278	0.98760	No se puede rechazar							
Anderson-Darling	0.12872	0.98175	No se puede rechazar							
Cramer-von Mises	0.01885	0.97564	No se puede rechazar							
Test de Kolmogorov-Smirnov (Lill)	0.05709	0.99152	No se puede rechazar							
D'Agostino Asimetría	0.37805	0.70540	No se puede rechazar							
D'Agostino Kurtosis	-0.15717	0.87511	No se puede rechazar							
D'Agostino Omnibus	0.16762	0.91961	No se puede rechazar							
Jarque-Bera	0.32454	0.85021	No se puede rechazar							

Con la finalidad de corroborar la información obtenida del ajuste de regresión múltiple para la regresión seleccionada, en las Figuras 28 – 35, se muestra como complemento el comportamiento de los datos de cada prueba de normalidad.

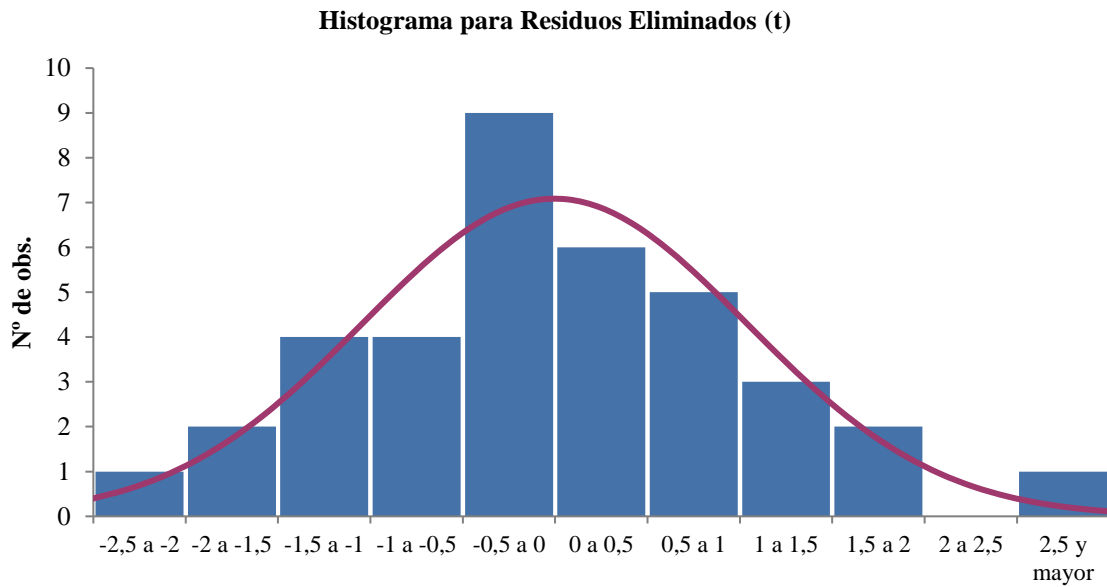


Figura 28. Histograma para residuos eliminados (t).

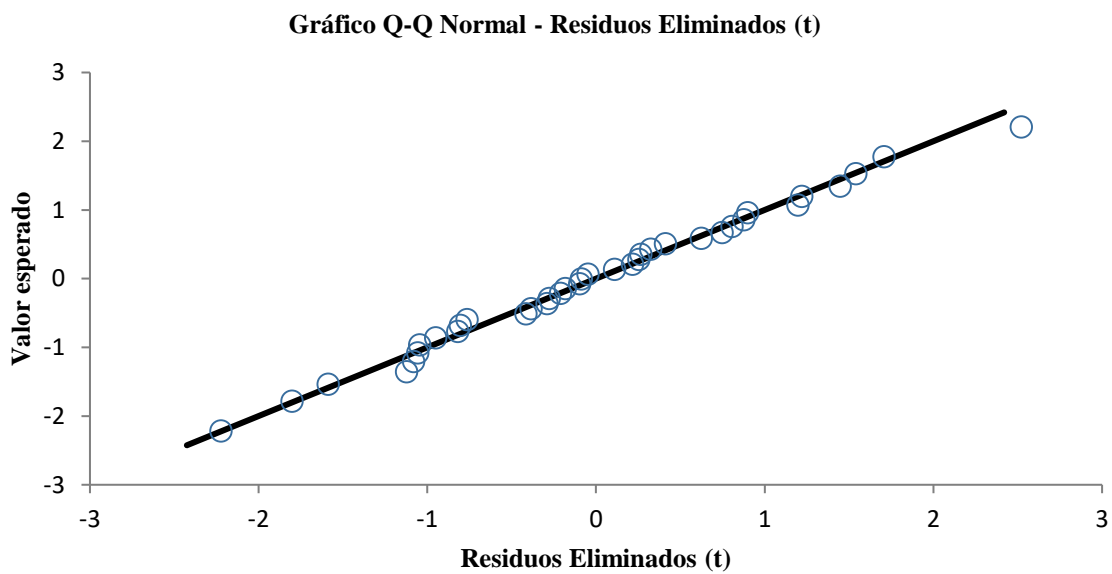


Figura 29. Gráfico Q-Q Normal - Residuos eliminados (t).

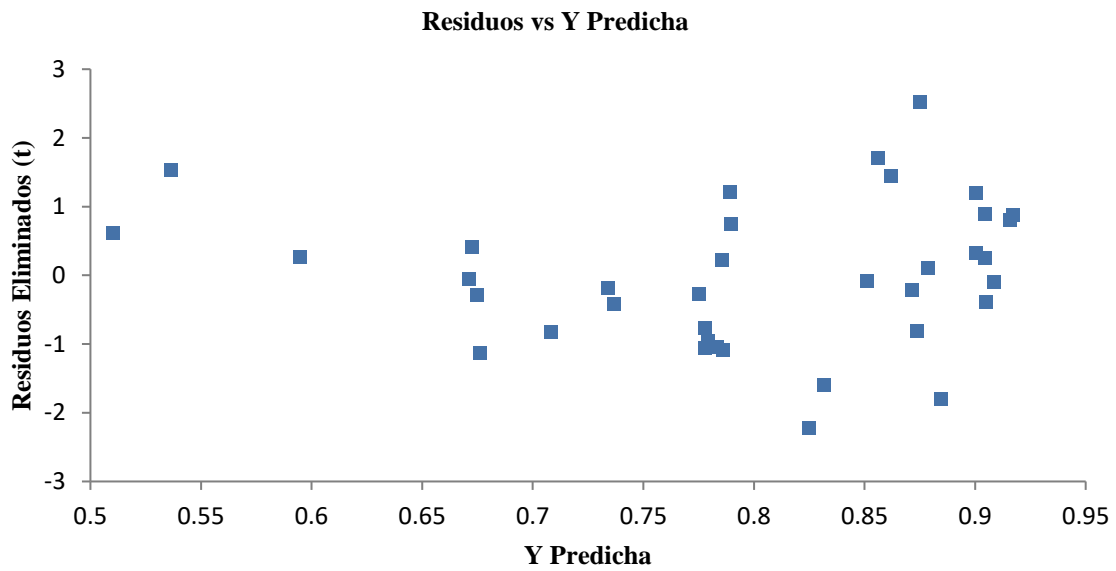


Figura 30. Residuos vs Y predicha.

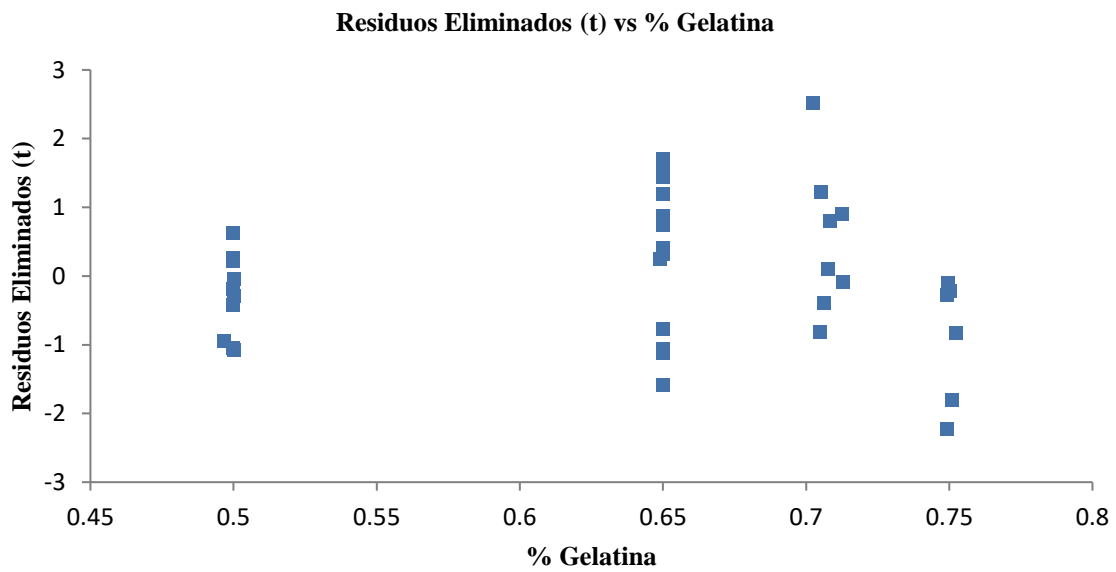


Figura 31. Residuos eliminados (t) vs % gelatina

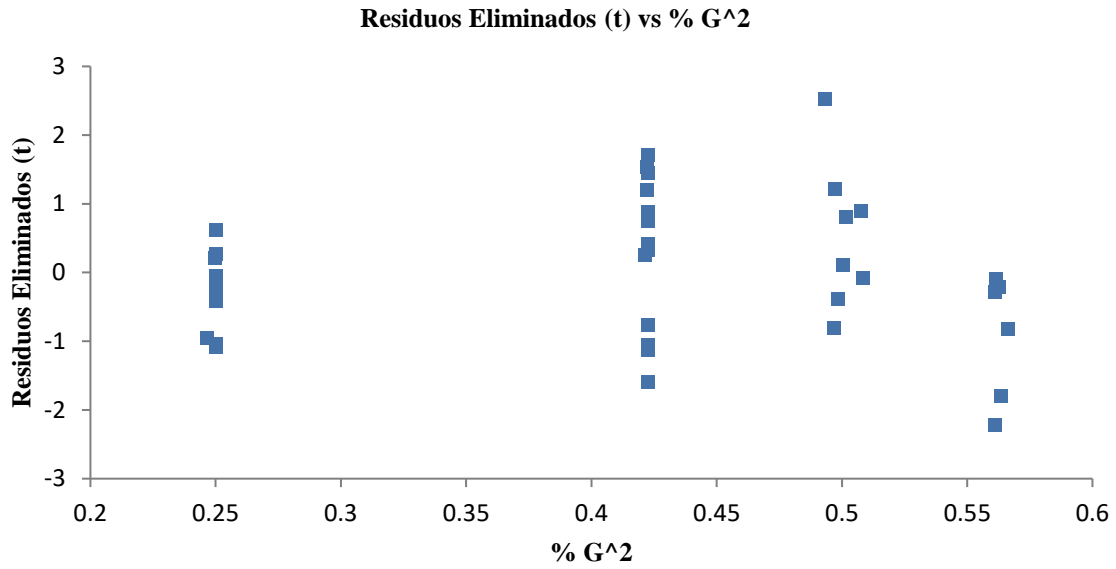


Figura 32. Residuos eliminados (t) vs % G<sup>2</sup>

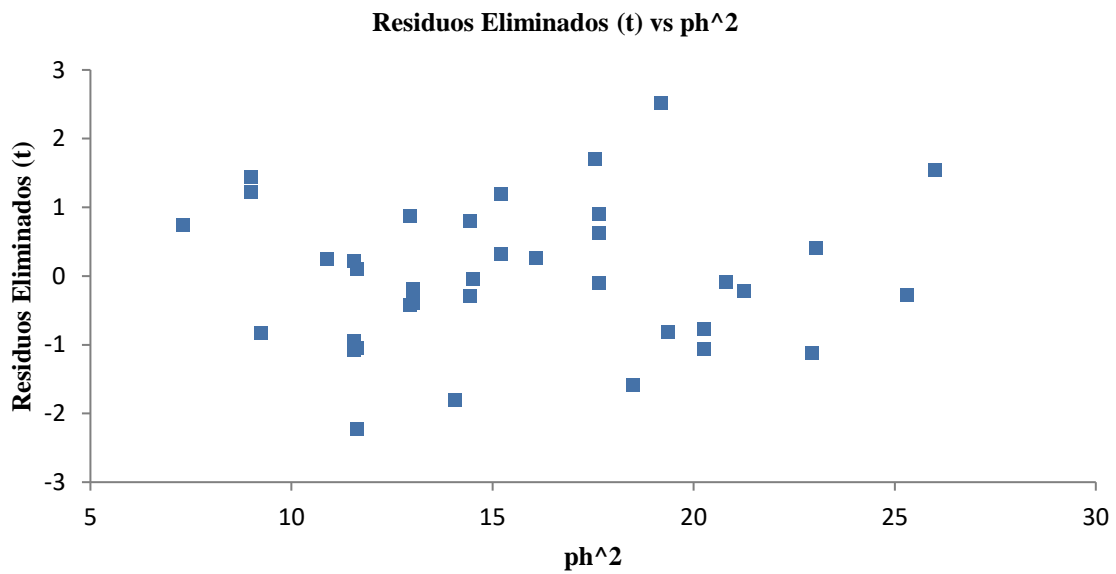


Figura 33. Residuos eliminados (t) vs pH<sup>2</sup>

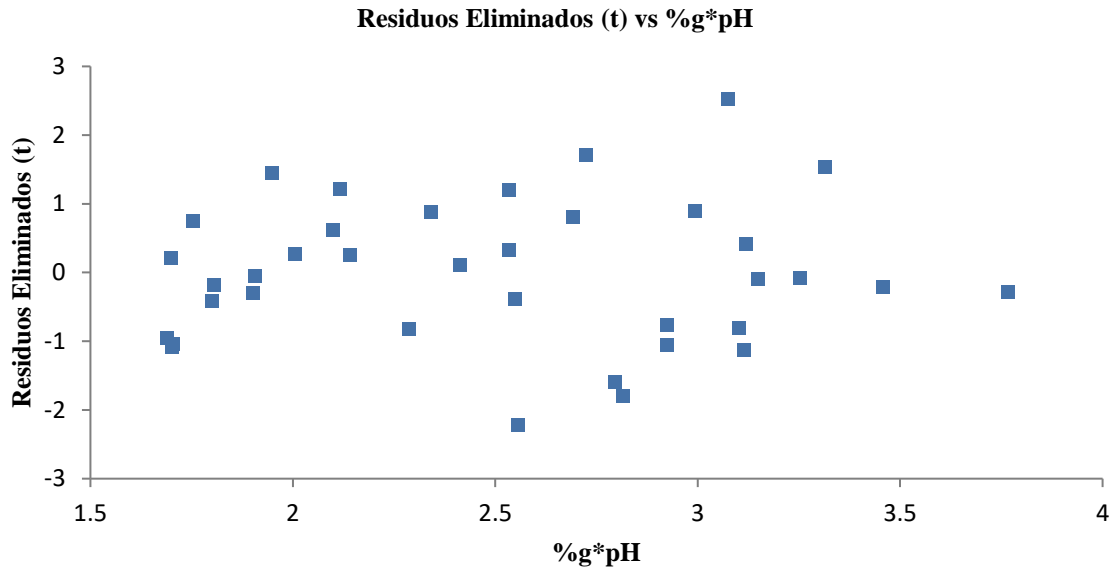


Figura 34. Residuos eliminados (t) vs %g\*pH.

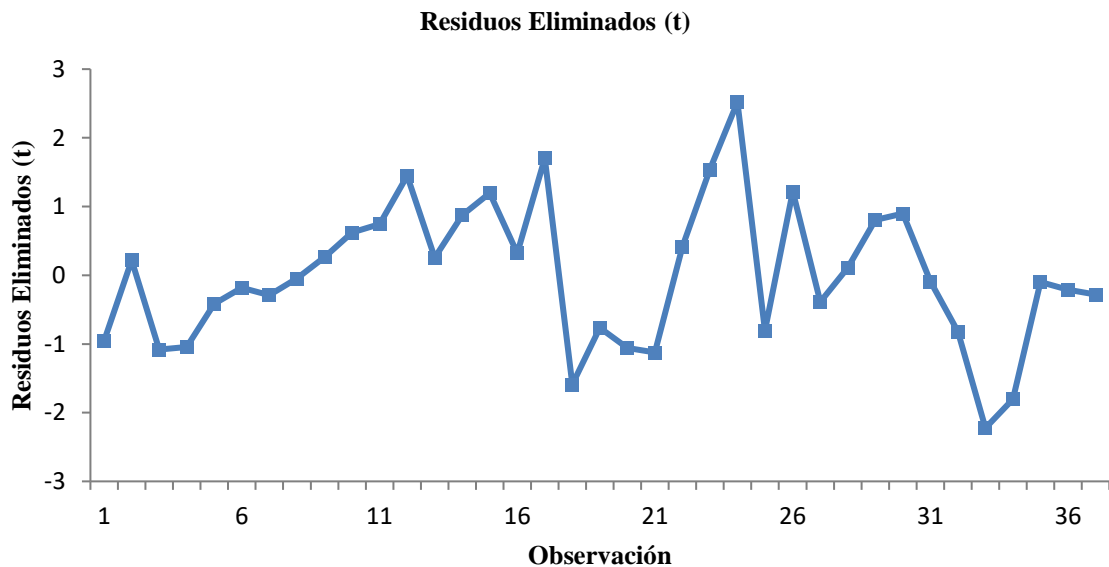


Figura 35. Residuos eliminados (t).

El análisis de ajuste de regresión múltiple permitió generar el modelo matemático de segundo orden, con el cual se obtuvieron los valores de pH y la relación polimérica para la formación de la pared de las cápsulas, estos valores permitieron obtener valores máximos de coacervación. El modelo matemático para el par polimérico G – X resultante fue:



$$\% \text{ de coacer} = 2,70146 * \% \text{ gelatina} - 6,97789 * \% G^2 - 0,16455 * pH^2 + 1,81276 * \%G * pH$$

Resolviendo el modelo matemático resultante del ajuste de los datos obtenidos de la coacervación del par polimérico de G – X, resultó que para un valor de pH de 3.75 y a un 68.04% de gelatina en la mezcla polimérica, se obtiene un porcentaje máximo de coacervación.

### Composición del coacervado secado por aspersión

En la Tabla 18, se muestran los componentes utilizados en 4 litros de solución para la microencapsulación y obtención del producto 3 (gelatina – goma xantana, secado por aspersión).

Tabla 18. Composición del PHMO microencapsulado y secado por aspersión.

Tipo de componente	Composición		
	Forma de incorporación	Masa (g)	Porcentaje
Gelatina	300 ml al 5%	15	4.93 %
Goma xantana	3000 ml al 0.25%	7.5	2.46 %
Ácido cítrico	100 ml al 32%	32	10.51 %
Proteína de <i>M. oleifera</i>	28.21% de 250 g de PHMO	70.53	23.16 %
Cenizas de <i>M. oleifera</i>	11.75% de 250 g de PHMO	29.38	9.65 %