

Información técnica

Centro de Investigación y Desarrollo de Medicamentos (CIDEM)

Influencia del uso de aditivos sobre el rendimiento del proceso de secado por aspersión de extracto acuoso de *Calendula officinalis* L.

Ing. Orestes Darío López Hernández,¹ Lic. Adriana Muñoz Cernada,² Lic. Rolando Carmona Fernández,² Lic. Leonid Torres Amaro² y Téc. María Lidia González Sanabria³

RESUMEN

Para la obtención en forma de polvo de extractos de plantas, se emplea el secado por aspersión para preservar los componentes naturales presentes en estos. El uso de aditivos inertes como almidón y maltodextrina favorecen la recuperación del producto ya que actúan como coadyuvantes del secado. Los extractos vegetales secos son altamente higroscópicos, inconveniente que disminuye con la presencia de aditivos y que se traduce, a su vez, en garantía de un mayor tiempo de vida del producto. Para realizar este trabajo se utilizó extracto acuoso de *Calendula officinalis* L. Se realizaron diferentes corridas en un secador de spray de laboratorio, con distintas concentraciones de maltodextrina y almidón soluble. Se estudió la influencia de la concentración de aditivo sobre la recuperación del producto a través del rendimiento. Se obtuvo el mayor rendimiento con 15 % de almidón soluble respecto a los sólidos totales del extracto. Se logró obtener un producto en forma de polvo mediante secado por aspersión con un rendimiento superior a 90 %, útil para ser utilizado como materia prima en la elaboración de medicamentos de origen natural.

Palabras clave: Secado por aspersión, *Calendula officinalis* L., extracto acuoso, rendimiento, aditivos.

Los extractos y jugos que se obtienen a partir de las plantas y sus frutos, se utilizan cada vez más, en las industrias farmacéutica y de alimentos, para la fabricación de un gran número de productos. Para su obtención en forma de polvo, se emplea el secado por aspersión por ser un método que preserva los componentes naturales presentes en estos productos.^{1,2} El secado por aspersión es una extensión del proceso de evaporación en el cual se retira casi todo el líquido de una solución de un sólido no volátil en un líquido. También se dice que este proceso es una operación de transferencia simultánea de calor y masa.³ La presencia de compuestos como los azúcares impiden que estos productos puedan ser secados por aspersión sin que se adhieran a las superficies internas del equipo, lo que trae como consecuencia el bajo rendimiento en la recuperación del producto.⁴ El uso de aditivos inertes como el almidón, ciclodextrinas, lactosa y maltodextrina, favorece la recuperación del producto ya que actúan como coadyuvantes del secado.⁵⁻⁹ Es por esto, que el objetivo del presente trabajo fue determinar la concentración de almidón soluble o maltodextrina que permita lograr el mayor rendimiento en el secado de un extracto acuoso de *Calendula officinalis* L.

MÉTODOS

Procedimiento de secado

El secado a escala de laboratorio se realizó empleando para cada corrida, 50 mL de extracto acuoso, preparado mediante decocción de flores de *C. officinalis* colectadas entre febrero y marzo del año 2004 procedentes de la Estación Experimental de Plantas Medicinales “Dr. Juan Tomás Roig” de San Antonio de los Baños e identificada por el Doctor en Ciencias Biológicas *Victor Fuentes Fiallo*. El ejemplar depositado en la citada estación tiene No. de Herbario ROIG 4625.

Las muestras se secaron en un secador de aspersion de laboratorio (Modelo Büchi B 191, Flawil, Switzerland) con un flujo de aire y alimentación en paralelo, a una temperatura de entrada del aire, de 100 y 120 °C y, una temperatura de salida de 60 y 80 °C. El flujo de aire de atomización se mantuvo entre 600 L/h y el aspirador en 100 %. Previo al estudio de secado, se realizó una prueba preliminar de secado del extracto sin emplear aditivos y utilizando las temperaturas de entrada y salida de 100 y 60 °C, respectivamente.

Estudio de secado con aditivos

El comportamiento durante el secado por spray de los azúcares y los jugos de frutas con maltodextrina como aditivo, está descrito por la ecuación de *Roos y Karel*.¹⁰ A través de la cual se determina la cantidad de aditivo necesario. Con el objetivo de determinar los intervalos de concentración a estudiar de cada aditivo, se realizaron los cálculos según la siguiente ecuación.¹⁰

$$Y = \sum_{i=1}^n a_i X_i$$

Donde a_i es el índice individual de secado de cada componente, X_i es la fracción en peso de cada componente y Y es el índice total de secado a (160/60) °C

Cuando $Y < 1$, el producto es difícil de secar, $Y = 1$ indica posibilidad de secar y $Y > 1$ perfectamente posible secar. A continuación se muestran los índices de secado (a_i) para distintos compuestos:⁵

Compuesto	a_i
Sacarosa	0,85
Glucosa	0,51
Fructosa	0,27
Maltodextrina	1,60
Almidón	2,79

Para el estudio se realizó un diseño experimental multinivel donde se analizó como factor el aditivo utilizado para el secado en 5 niveles, 2 con maltodextrina DE 10 (AMIDEX) arancia-cpc. México, L: 2785, en concentraciones de 15 y 20 % respecto a los sólidos totales del extracto y 3 con almidón soluble p.a. (Merck) Alemania L: F 103 295 2139 en concentraciones de 10, 15 y 20 % respecto a los sólidos del extracto. Se

utilizaron las temperaturas de entrada y salida de 100 y 60 °C , respectivamente. Se utilizó extracto acuoso de *C. officinalis*. El aditivo a utilizar así como el producto obtenido, se pesó en balanza técnica Mettler PB 8001. Para el caso de la maltodextrina se adicionó directamente a los extractos y se mezcló en agitador magnético IKA. Para el almidón soluble se preparó previamente una solución al 6 % con ayuda de calor y luego se adicionó al extracto. Finalmente, después de secar los productos, se determinó el rendimiento en cada caso.

Determinación del rendimiento

El rendimiento se determinó a partir del balance de materiales sólidos donde la entrada de productos debe ser igual a la salida, considerándose que no existe acumulación de productos en el interior de la cámara ni hay pérdidas de producto al exterior.

El balance de materiales en función de la composición de sólidos y considerando que en el agua evaporada no se pierde producto, quedaría de la siguiente forma:

$$LX_L = WX_w + DX_D \text{ quedando finalmente:}$$

$$L X_L = D X_D$$

Donde L: masa de líquido del que se alimenta al equipo (extracto).

X_L : fracción de sólidos en el líquido de alimentación (extracto).

W: masa de agua evaporada.

X_w : fracción de sólidos en el agua evaporada .

D: masa de polvo obtenido.

X_D : fracción de sólidos en el polvo obtenido.

El rendimiento se determinó por la relación entre el sólido obtenido a la salida y el que se alimenta a la entrada del equipo.

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{DX_D}{LX_L} \cdot 100$$

Criterio de evaluación de los resultados

Como criterio de evaluación se determinó el rendimiento del proceso, considerándose para la escala de laboratorio un rendimiento ≥ 70 % como aceptable, para volúmenes entre 50 y 100 mL de muestra y el diseño del equipo utilizado.¹

Análisis estadístico

Los resultados fueron analizados con un análisis de varianza y la prueba de rangos múltiples de *Duncan*.

RESULTADOS

Resultados del ensayo preliminar

Primeramente se realizó una prueba preliminar de secado del extracto sin aditivos. El rendimiento alcanzado fue de 28 %.

Cálculos para determinar las concentraciones de aditivos a estudiar

- Cálculo del índice individual de secado (a_i) de los componentes de *C. officinalis* que actúan como aditivos naturales coadyuvantes del secado

El contenido de carbohidratos expresado como manosa en base seca del extracto acuoso de *C. officinalis*, es de 3,02 %. Por ser la manosa un monosacárido como la glucosa, se consideró como si fuera la concentración de este último para el cálculo, por no estar registrado el índice individual de secado para la manosa.

$$Y = (a_{\text{glucosa}} \cdot x_{\text{glucosa}}) + (a_{\text{aditivos naturales}} \cdot x_{\text{aditivos naturales}})$$

Resulta que: $a_{\text{aditivos naturales}} = 1,02$

Cálculo de la concentración de maltodextrina

Se puede lograr un secado exitoso, considerando $Y = 1,3$ como índice total e secado.⁴

- Cálculo considerando todos los componentes

$$Y = (a_{\text{glucosa}} \cdot x_{\text{glucosa}}) + (a_{\text{aditivos naturales}} \cdot x_{\text{aditivos naturales}}) + (a_{\text{maltodextrina}} \cdot x_{\text{maltodextrina}})$$

Resulta que: $x_{\text{maltodextrina}} = 0,18$

- Cálculo considerando sólo los azúcares presentes

$$Y = (a_{\text{glucosa}} \cdot x_{\text{glucosa}}) + (a_{\text{maltodextrina}} \cdot x_{\text{maltodextrina}})$$

Resulta que: $x_{\text{maltodextrina}} = 0,80$

Cálculo de la concentración de almidón soluble

Considerando $Y = 1,3$

- Cálculo teniendo en cuenta todos los componentes

$$Y = (a_{\text{glucosa}} \cdot x_{\text{glucosa}}) + (a_{\text{aditivos naturales}} \cdot x_{\text{aditivos naturales}}) + (a_{\text{almidón soluble}} \cdot x_{\text{almidón soluble}})$$

Resulta que: $x_{\text{almidón soluble}} = 0,11$

- Cálculo suponiendo que están sólo los azúcares

$$Y = (a_{\text{glucosa}} \cdot x_{\text{glucosa}}) + (a_{\text{almidón soluble}} \cdot x_{\text{almidón soluble}})$$

Resulta que: $x_{\text{almidón soluble}} = 0,46$

Rendimiento de los extractos preparados con aditivos

En la tabla 1 y figura 1 se presentan los resultados obtenidos con el empleo de aditivos en el secado por aspersión de extracto acuoso de *C. officinalis*.

Tabla 1. *Análisis de varianza de los rendimientos obtenidos con el uso de aditivos en el secado por aspersión de extracto de C. officinalis*

Tabla ANOVA		Análisis de Varianza			
Fuente	Sumas de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Cociente F	Valor p
Entre grupos	139,497	4	34,8743	9,03	0,0165
Intra grupos	19,307	5	3,86139		
Total	(Corr.) 158,804	9			

Gl: grados de libertad, p menor de 0,05 es significativo.

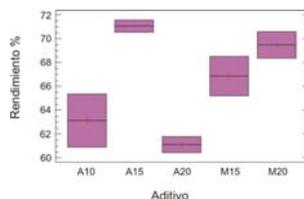


Fig. 1. Comparación de los rendimientos obtenidos en el secado por aspersión de extracto acuoso de *C. officinalis*.

Para concluir esta etapa experimental se hicieron 2 corridas con 15 % de almidón soluble, una temperatura del aire de entrada de 120 °C y de 80 °C a la salida en el mismo equipo, comparándose los resultados obtenidos con el intervalo de 100 y 60 °C. Los resultados se muestran en la tabla 2 y figura 2.

Tabla 2. *Análisis de varianza de los rendimientos obtenidos con los 2 intervalos de temperaturas*

Tabla ANOVA		Análisis de Varianza			
Fuente	Sumas de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Cociente F	Valor p
Entre grupos	521,894	1	521,894	261,28	0,0038
Intra grupos	3,9948	2	1,99743		
Total	(Corr.)525,889	3			

Gl: grados de libertad, p menor de 0,05 es significativo.

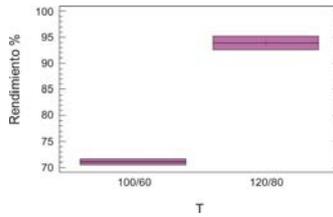


Fig. 2. Comparación de los rendimientos obtenidos con los 2 intervalos de temperaturas estudiados empleando 15 % de almidón soluble.

Seguidamente se realizaron varias corridas empleando un mayor volumen de 1 L de extracto, con 15 % de almidón soluble y temperaturas de entrada y salida de 120 y 80 °C, respectivamente. Los valores de rendimiento alcanzados se muestran en la figura 3.

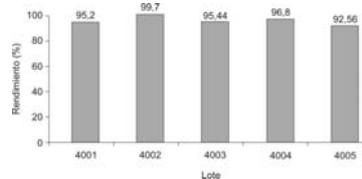


Fig. 3. Rendimiento obtenido en el secado del extracto acuoso de *C. officinalis* empleando 15 % de almidón soluble.

DISCUSIÓN

En el ensayo preliminar sin aditivos, se observó durante el proceso la adhesión de una capa de producto sobre las paredes del ciclón además del bajo valor de rendimiento, por lo que se decidió estudiar el empleo de aditivos para el secado del extracto. Como fue posible secar el extracto, se consideró el índice total de secado $Y = 1$, por lo que se dedujo que el mismo contenía componentes que actúan como aditivos.

Teniendo en cuenta el resultado de los cálculos, para la maltodextrina se estudió la influencia de la concentración en un intervalo entre 18 y 80 % de aditivo respecto a los sólidos totales del extracto y, para el caso del almidón soluble, la influencia de la concentración en un intervalo entre 11 y 46 % de aditivo respecto a los sólidos totales del extracto.

Derivado del análisis del resultado de los cálculos, se decidió comenzar el estudio con el nivel bajo más próximo al valor calculado, variando su valor en un 5 % hasta alcanzar el máximo rendimiento. Para la maltodextrina se estudió la concentración de 15 y 20 % y con el almidón soluble, la concentración de 10, 15 y 20 %. Como se aprecia en la tabla 1, según el análisis de varianzas realizado, existen diferencias significativas entre los distintos casos, para un 95 % de confianza según el valor de $p < 0,05$. Según la prueba de rangos múltiples y la figura 1, gráfico de caja y patilla (caja: valores promedios, patillas: desviación estándar), para el caso del almidón soluble el mayor rendimiento se obtuvo con 15 % y para la maltodextrina el máximo se alcanzó con 20 %. Se observa que no existen diferencias significativas entre las concentraciones a las que se obtiene el máximo rendimiento, pero sí entre el resto y ellas. En este caso se decidió continuar el trabajo con 15 % de almidón soluble por afectar en menor proporción la composición final del extracto seco.

En la tabla 2 se observa que según el análisis de varianzas, para un 95 % de confianza, hay diferencias significativas entre los dos intervalos de temperaturas estudiados, con $p < 0,05$. En la figura 2 se muestran los resultados de la prueba de rangos múltiples según la prueba de *Duncan*, donde se demuestra la superioridad del rendimiento alcanzado, lo que puede deberse al uso de un intervalo de temperaturas que según el diagrama psicrométrico para el sistema aire y vapor de agua, se encuentra en equilibrio con una curva de menor humedad relativa, lo cual favorece la obtención de un polvo seco.

En la figura 3, se observa un considerable aumento del rendimiento reproducible en varias corridas, por lo que se propone utilizar los parámetros empleados en estas experiencias para el secado a escalas superiores.

Se puede concluir que el uso de aditivos en el proceso de secado por aspersión del extracto de *C. officinalis*, favorece la elevación del rendimiento, permitiendo alcanzar valores superiores al 90 %. La metodología seguida para llevar a cabo este estudio puede ser aplicada a otros productos de similar naturaleza. Se obtuvo una materia prima de fácil almacenamiento, uso, transportación y durabilidad, para la preparación de formas sólidas, líquidas y semisólidas.

SUMMARY

Influence of the use of drying coadjuvants on the yielding of the aspersion drying process of aqueous extract from *Calendula officinalis* L.

The aspersion drying is used to obtain plant extract powder in order to preserve the natural components present in them. The use of inert additives such as starch and maltodextrine favors the recovery of the product, since they act as drying coadjuvants. The dry vegetal extracts are highly hygroscopic, an inconvenient that decreases with the presence of additives, which guarantee a longer lifetime of the product. The aqueous extract of *Calendula officinalis* L. was used to do this work. Different runs were performed in a lab spray drier with different concentrations of maltodextrin and soluble starch. The influence of the concentration of the additive on the recovery of the product was studied by means of the yielding. The highest yielding was attained with 15 % of soluble starch in relation to the solid totals of the extract . A powder product was obtained by aspersion drying with a yielding over 90 % that makes it useful to be used as a raw material in the manufacturing of drugs of natural origin.

Key words: Aspersion drying, *Calendula officinalis* L., yielding, additives.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Masters K. The spray drying Handbook. New York: Longman Scientific;1991.
2. Sharapin N. Fundamentos de tecnología de productos fitoterapéuticos.. Santa Fe de Bogotá D.C., Colombia: Roberto Pinzón; 2000.p.57-60.
3. Perry Robert H. Manual del ingeniero químico.6ta ed TII. Colombia: McGraw-Hill; 1998.
4. Bhandari BR, Datta N, Howes T. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*. 1997;15(2):671-84.
5. Bhandari B R. Glass transition in relation to stickness during spray drying. *Food Technology International*. London: Sterling Publications; 2001.

6. Candelas MG, Alanís MG. Estabilidad del licopeno bajo diferentes condiciones de operación del secado por aspersión de jugo de tomate. *Salud Pública y Nutrición*. 2003(3).
7. De Medeiros ACD, De Medeiros IA, Macedo RD. Thermal studies of *Albizia inopinata* crude extract in the presence of cyclodextrin and aerosil by TG and DSC coupled to the photovisual system. *Act Thermochemica*. 2002;392-93:93-8.
8. De Sousa KC, Petrovick PR, Bassani VL. The adjuvants aerosil 200 and gelita-sol-P influence on the technological characteristics of spray dried powders from *Passiflora edulis* var *flavicarpa*. *Drug Dev Ind. Pharm.* 2000;26(3):331-6.
9. Goula AM, Adamopoulos KG. Spray Drying Performance of a Laboratory. Spray dryer for tomato powder preparation. *Dring Technology*. 2003;21(7):273-1289.
10. Roos Y, Karel M. Water and molecular weight effects on glass transitions in amorphous carbohydrates and carbohydrate solution. *J Food Sci*. 1991;56(1):1676-81.

Recibido: 3 de febrero de 2006. Aprobado: 12 de mayo de 2006.

Ing. *Orestes Darío López Hernández*. Avenida 26 No. 1605 e/ Puentes Grandes y Boyeros, Plaza. La Habana 10600, Cuba.

¹Ingeniero Químico. Investigador Agregado.

²Licenciado en Ciencias Farmacéuticas. Aspirante a Investigador.

³Técnico en Química Industrial.