

Optimización del proceso de liofilización y comparación con el secado por convección de estragón ruso (*Artemisia dracunculus* L.).

Optimization of the process of freeze-drying and comparison with convective drying of Russian tarragon (*Artemisia dracunculus* L.).

Juliana Ramírez^{1*}, Misael Cortés² y Carlos A. Hincapié³.

1. Tecnología en Gestión de Servicios Gastronómicos. Facultad Administración de Empresas Turísticas. Institución universitaria Colegio Mayor de Antioquia. Medellín. Colombia. 2. Departamento de Ingeniería Agrícola y Alimentos. Grupo de investigación en Alimentos Funcionales (GAF). Facultad de Ciencias Agrarias. Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín. Medellín. Colombia. mcortesro@unal.edu.co. 3. Grupo de investigaciones Agroindustriales (GRAIN). Facultad de Ingeniería Agroindustrial. Universidad Pontificia Bolivariana Sede Medellín. Medellín. Colombia. carlos.hincapie@upb.edu.co, *Autor de correspondencia: juliana.ramirez@colmayor.edu.co.

Rec.: 2018-10-02 Acep.: 2019-06-27

Resumen

La deshidratación es un proceso de conservación que puede afectar negativamente las características nutritivas y organolépticas del producto tratado. El presente estudio se desarrolló en el Laboratorio de control de calidad de los alimentos, en la Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín, con el objetivo de optimizar el proceso de liofilización (LIO) de hojas de estragón ruso (*Artemisia drancunculus* L.) para conservar, de la mejor forma posible, sus características. Se utilizó un liofilizador de bandejas, donde el material vegetal fue enfriado desde 25 °C hasta -40 °C, a una velocidad de 0.22 °C/min. La optimización se realizó utilizando la metodología de superficie de respuesta con un diseño optimal, en función de la variable independiente velocidades de calentamiento de la placa (0.03 – 0.06 °C/min) desde -40 °C hasta 35 °C, manteniendo la temperatura de la placa durante 1 h a 35 °C. Las variables dependientes fueron: contenido de humedad, actividad de agua (a_w), actividad antioxidante, color y tiempo de secado. El producto deshidratado a la condición óptima se comparó con el obtenido por secado mediante el método de convección forzada (SC). El tiempo de proceso de Liofilización (LIO) presentó diferencias estadísticamente significativas con respecto al factor velocidad de calentamiento de placa (VCP). La condición óptima de LIO se obtuvo a una VCP de 0.06 °C/min durante 20.8 h. Los productos deshidratados por ambos métodos presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P < 0.05$) en a_w , humedad final, DPPH, y color, pero no en el contenido de fenoles totales. Los productos LIO presentaron mejores propiedades que los productos SC, conservando de mejor manera su coloración y su actividad antioxidante con respecto a la planta en fresco.

Palabras clave: Aditivos alimentarios, antioxidantes, condimentos, deshidratación, plantas aromáticas, velocidad de secado, liofilización, secado por convección forzada.

Abstract

Drying is a conservation process that may adversely affect the nutritional and organoleptic properties of the product. The present study was developed in the Laboratory of food quality control, at the Universidad Nacional de Colombia, Medellín headquarters. The aim of this work was the experimental optimization of the freeze-drying process (LIO) of the Russian tarragon leaves (*Artemisia drancunculus* L.) to preserve, in the best possible way, its properties. We used a tray freeze dryer, where the material was frozen from 25 °C to -40 °C, at a speed of 0.22 °C/min. The optimization was carried out using response surface methodology with an optimal design, as a function of independent variable plate heating rates (0.03 – 0.06 °C/min) from -40 °C to 35 °C, holding the temperature of the plate at 35°C for one hour. The dependent variables were moisture content, water activity (a_w), antioxidant activity, color and drying time. The product dried in the optimum condition was compared with another drying by forced convection (SC). The freeze-drying time process presented statistically significant differences with the plate heating speed (VCP). LIO Optimal condition was obtained at a VCP of 0.06 °C/min for 20.8 hours. The dried products with both methods showing showed statistically significant differences in a_w , moisture, DPPH, and color, but not in total phenol content. The LIO products showed better properties than SC products, preserving, in a best way, its color and antioxidant activity in comparison to fresh plant.

Key words: Antioxidants, aromatic plants, condiments, drying, food additives, drying speed, lyophilization, drying by forced convection.

Introducción

Las plantas medicinales son una importante fuente de nuevas drogas e ingredientes para la industria alimentaria. Además, en los países en desarrollo son una fuente de cuidado primario para una parte importante de la población. El incremento de la demanda de medicamentos de origen vegetal y de metabolitos secundarios para uso medicinal, cosmético e industrial ha causado que el mercado de plantas medicinales haya aumentado de manera importante en los últimos años en todo el mundo (Chen et al., 2016) and they are disappearing at a high speed. This article reviews global trends, developments and prospects for the strategies and methodologies concerning the conservation and sustainable use of medicinal plant resources to provide a reliable reference for the conservation and sustainable use of medicinal plants. We emphasized that both conservation strategies (e.g. in situ and ex situ conservation and cultivation practices

El estragón (*Artemisia drancunculus* L.) es una planta aromática, condimentaria y medicinal que tiene dos variedades, estragón francés y estragón ruso, con el que se trabajó en este estudio. Esta planta se comercializa en fresco, congelada y deshidratada, siendo esta última la preferida por el mercado (Arabhosseini, Padhye, Huisman, van Boxtel, y Müller, 2011). A nivel industrial, el estragón se ha utilizado en la preparación de diferentes productos alimentarios y el extracto etanólico de las hojas puede ser útil para disminuir la incidencia de las enfermedades (Durić, Kovač-Bešović, Nikšić, y Sofić, 2013). Algunas investigaciones sugieren que el extracto de estragón podría emplearse como base para la preparación de medicinas debido a la buena capacidad antioxidante que posee (Miron, Plaza, Bahrim, Ibáñez, and Herrero, 2011).

Los procesos de deshidratación representan una de las alternativas de mayor uso para la generación de valor agregado en estos productos, imprimiéndoles una mayor conservación al reducir su actividad de agua, lo cual permite estabilizar sus propiedades y composición de los principios activos. El sistema más habitual de secado de plantas aromáticas es por convección natural o forzada de aire (SC), pero se pierden características como sabor y aroma, por esta razón existen otros sistemas industriales más sofisticados como la liofilización. Es así, como se han realizado comparaciones en productos liofilizados (LIO) y SC en diversos alimentos donde se han encontrado beneficios de la LIO como proceso de secado (Ratti, 2013).

El objetivo del presente estudio fue optimizar experimentalmente el proceso de liofilización de las hojas de estragón ruso (*A. drancunculus*) con fines de

uso como materia prima en los sectores de alimentos, farmacéutico y cosmético, o como infusión.

Materiales y métodos

Material vegetal

Las hojas de *A. drancunculus* fueron recolectadas en mayo, agosto y septiembre de 2013, en la finca La Legumbrera, vereda Chipre (6° 09' 12' N, 75° 22' 27' O, a 2080 m.s.n.m.), Rionegro, Antioquia (Colombia). Para conservar sus propiedades, las hojas fueron almacenadas a 4 °C, durante un periodo máximo de 5 días.

Optimización del proceso de liofilización

Descripción del equipo. El proceso se realizó en un liofilizador Labconco Freezone 12- 7754040 con cámara de bandejas (Labconco Corporation, Kansas City, USA) equipado con unidad de congelación y secado, y acoplado a una bomba rotatoria de vacío (195 L/min), generando una presión de vacío de 0.14 mbar.

Proceso de liofilización. El material vegetal fue enfriado desde 25 °C hasta -40 °C, a una velocidad de 0.22 °C/min. El proceso de liofilización se optimizó utilizando la metodología de superficie de respuesta con un diseño experimental Optimal, donde el número de repeticiones obedece al algoritmo matemático que emplea el método para modelar condiciones óptimas, así como economizar dinero, disminuir el tiempo y el número de las mismas (Huertas-García, Gázquez-Abad, Martínez-López, y Esteban-Millat, 2013) en función unifactorial de la velocidad de calentamiento de la placa (0.03 – 0.06 °C/min) como se especifica en la Tabla 1. La velocidad de calentamiento de la placa se establece para cada experimento desde el sistema de control del equipo. Las variables dependientes fueron: humedad, actividad de agua, actividad antioxidante (DPPH y polifenoles totales) y color. Los resultados fueron analizados mediante el Software Design Expert® 8.0 (Stat-Ease, Inc. Minneapolis, USA). Después de encontrar las condiciones óptimas de proceso, se procedió a realizar la liofilización usando esas mismas variables para comparar los valores arrojados por el modelo con datos experimentales.

Tabla 1. Diseño experimental para las condiciones óptimas de liofilización de *A. drancunculus*.

Ensayo	T _i (°C)	T _f (°C)	Tiempo de sostenimiento (h)	VCP (°C/min)	Tiempo de proceso (h)	Número de repeticiones
1	-40	35	1	0.03	42.6	3
2	-40	35	1	0.04	32.2	5
3	-40	35	1	0.05	26	2
4	-40	35	1	0.06	20.8	3

T_i = Temperatura inicial. T_f = Temperatura final.

Comparación de la liofilización vs. el secado por convección forzada

Las muestras obtenidas durante la liofilización en las condiciones óptimas se compararon con muestras obtenidas por secado por convección forzada (SC) usando un diseño completamente al azar con tres repeticiones para cada tipo de secado. El proceso de SC se realizó a 45 °C, velocidad de aire de 0.6 m/s, durante 22.8 h, condiciones apropiadas según Arabhosseini et al (2011). La comparación de ambos procesos se realizó a través de un ANOVA unifactorial y la prueba DMS (Diferencia Mínima Significativa) para verificar la existencia de las diferencias estadísticas significativas entre los tratamientos usando el paquete estadístico Statgraphics Centurion® XV (Statpoint Technologies, Inc. The Plains, USA).

Caracterización química y física. Esta caracterización se realizó tanto para la muestra fresca como para las muestras obtenidas en cada experimento de deshidratación por liofilización y por secado por convección forzada.

Humedad. Se determinó bajo el método oficial de la AOAC (AOAC, 2005)

Actividad de agua (a_w). Se determinó con un higrómetro de punto de rocío a 25 °C (Aqualab serie 3TE, Decagon, Devices, Pullman, WA, USA)

Actividad antioxidante. Para la preparación del extracto se utilizó la metodología de Yeray Rodríguez et al. (2012) modificada, empleando agitación por ultrasonido (Briars y Paniwnyk, 2013). Para ello, 1 g de muestra triturada (molino de impacto de cizalla, tamiz 2mm) fue sometida a extracción acuosa (3 veces) bajo agitación en sonicador (Branson 3510) por 30 min a temperatura ambiente y sin luz, luego centrifugada a 3000 r.p.m. durante 5 min. El filtrado total se ajustó a un volumen de 100 mL.

El contenido de polifenoles totales se determinó por el método colorimétrico de Folin-Ciocalteu (F-C) (Hincapié, Monsalve, Seigler, Alarcón, y Céspedes, 2011). Se diluyó el extracto de la solución madre a una concentración en la cual el contenido de fenoles se ajustó al intervalo de la curva patrón. Los resultados se expresan en mg de ácido gálico por gramo de muestra (mg AG/g)

La actividad atrapadora del radical libre DPPH fue cuantificada midiendo el grado de decoloración de una disolución metanólica de DPPH (20 mg/L), a una longitud de onda de 517 nm. El ensayo se llevó a cabo utilizando 10 µL de solución madre. Los resultados se expresan como miligramos de equivalentes trolox por gramo de muestra (mg TE/g).

Color. Para esta característica se utilizaron las hojas frescas enteras, tanto por el haz como por el envés. Las hojas secas, debido a su fragilidad, fueron trituradas. Para la medición, ambos tipos de muestra fueron cargadas en el accesorio X-Rite SP62-802 del equipo. El color se determinó a partir de los espectros de reflexión, obteniéndose las coordenadas: $CIE-L^*a^*b^*$ y $CIE-L^*C^*h^*$, empleando un espectrofotómetro de esfera X-Rite, modelo SP64, con iluminante D_{65} y un observador de 10° como referencia (Zuluaga et al., 2010). El componente L^* corresponde a la luminosidad del color y varía de 0 a 100, siendo cero el negro y 100 el blanco; a^* y b^* son los componentes cromáticos y sus valores varían desde -120 a 120. Para a^* los valores de menor a mayor corresponden a verde hasta el rojo y para b^* los valores de menor a mayor van desde el azul hasta el amarillo (Ibraheem, Hasan, Khan, y Mishra, 2012).

Resultados

Propiedades químicas y físicas de hojas frescas de *A. dracunculus*

En la Tabla 2 se observan los valores promedio más las desviaciones estándar de las propiedades químicas y físicas de las hojas de estragón ruso frescas.

Tabla 2. Valores promedio \pm D.E. de las propiedades químicas y físicas de las hojas de estragón ruso frescas.

Variable	Promedio \pm DS (n = 3)	
Humedad	87.8 \pm 0.0	
a_w	0.986 \pm 0.003	
L^*	Haz	35.7 \pm 1.2
	Envés	44.5 \pm 1.3
σ^*	Haz	-7.5 \pm 2.4
	Envés	-8.3 \pm 0.3
b^*	Haz	12.6 \pm 1.5
	Envés	16.9 \pm 1.6
C^*	Haz	14.8 \pm 1.8
	Envés	18.8 \pm 1.6
h^*	Haz	120.5 \pm 9.0
	Envés	116.4 \pm 1.4
Fenoles (mg AG/g)	32.4 \pm 0.8	
DPPH (mg TE/g)	30.8 \pm 0.4	

L^* = luminosidad del color. σ^* y b^* son los componentes cromáticos. a^* = coordenadas rojo/verde (+: rojo, -: verde). b^* = coordenadas amarillo/azul (+: amarillo, -: azul). C^* = color. h^* = matiz. mg AG/g = miligramos de ácido gálico por gramo de muestra. mg TE/g = miligramos de equivalentes Trolox por gramo de muestra.

Optimización del proceso de liofilización

En la Tabla 3 aparecen los valores promedio y las desviaciones estándar de las variables dependientes consideradas en el diseño experimental del proceso LIO de *A. drancunculus*, en función de la VCP; y en la Tabla 4 los resultados del ANOVA de la optimización del proceso LIO. Las muestras LIO no presentaron significancia estadística ($P > 0.05$) en contenido de humedad, a_w , L^* , a^* , b^* , C^* y h^* con respecto al factor VCP, pero sí ($P < 0.05$) en el tiempo de secado con respecto a dicho factor y a su interacción cuadrática. El tiempo de secado representa una variable de respuesta de importancia en los procesos LIO, ya que influye directamente en los costos de producción, debido al gasto energético que implica (Lopez-Quiroga, Antelo, y Alonso, 2012).

Para el rango utilizado en este estudio, la mayor VCP usada fue la más favorable al minimizar el tiempo de LIO. El modelo cuadrático del tiempo de secado presentó un efecto negativo con el factor VCP y un efecto positivo con su interacción cuadrática (Ecuación 1).

$$\text{Tiempo de secado}(\text{min}) = 29.49 - 10.09 * A + 1.62 * A^2 \quad (\text{Ec. 1})$$

La optimización del proceso, minimizando el tiempo de liofilización y conservando los rangos de los atributos de calidad (Tabla 5), indicó una VCP 0.06 °C/min, lo que permitió fijar el tiempo de proceso en 21.8 h, con una deseabilidad de 0.996. La deseabilidad evalúa la forma cómo la configuración de los factores estudiados optimiza las variables de respuesta, mientras más cercano este el valor a 1 más ideal es el modelo (Del Castillo, Montgomery, y McCarville, 1996).

Tabla 4. ANOVA para los modelos de respuesta de la optimización del proceso de liofilización de *A. drancunculus*.

Variable	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrática	F	Significancia (*P≤)
Tiempo (h)	697.79	2	348.9	133.45	0.0001
Humedad (%)	3.27E-04	2	1.63E-04	1.21	0.340
a_w	9.70E-03	2	4.85E-03	1.21	0.339
Fenoles (mg AG/g)	642.68	2	321.34	1.58	0.253
DPPH (mg TE/g)	503.40	2	251.70	1.27	0.322
L^*	14.90	2	7.45	2.22	0.159
a^*	0.23	2	0.11	0.21	0.850
b^*	2.45	2	1.22	0.51	0.614
C^*	21.74	5	4.35	3.67	0.060
h^*	9.75	3	3.25	1.86	0.206

L^* = luminosidad del color. a^* y b^* son los componentes cromáticos. a^* = coordenadas rojo/verde (+: rojo, -: verde). b^* = coordenadas amarillo/azul (+: amarillo, -: azul). C^* = color. h^* = matiz. mg AG/g = miligramos de ácido gálico por gramo de muestra. mg TE/g = miligramos de equivalentes Trolox por gramo de muestra.

Comparación entre liofilización vs. secado por convección

En la Tabla 6 se incluyen los resultados de la comparación entre los métodos de deshidratación por liofilización y por convección, y en la Tabla 7 los valores promedio y las desviaciones estándar de los atributos de calidad (variables respuesta) de las hojas deshidratadas de *A. drancunculus* por LIO en las condiciones óptimas y por secado mediante convección (SC). Se presentaron diferencias ($P < 0.05$) entre ambos procesos para las variables humedad, a_w , DPPH, L^* , a^* , C^* , h^* y la cromaticidad b^* , lo que no se observó para el contenido de fenoles totales.

Tabla 3. Resultados del proceso de liofilización de a diferentes velocidades de calentamiento de *A. drancunculus*.

Ens. (no.)	VCP °C/min	T. (h)	Hum. (%)	a_w	Fenoles (mg AG/g)	DPPH (mg TE/g)	L^*	a^*	b^*	C^*	h^*
1	0.06	20.8	6.4±0.3	0.359±0.016	93.3±2.2	47.8±2.0	37.9±3.2	-7.2±0.2	19.0±0.7	20.3±0.7	110.7±0.2
2	0.03	42.6	4.6±0.6	0.409±0.006	74.3±4.6	59.9±7.3	37.9±2.2	-6.5±0.7	17.6±2.8	18.8±2.9	110.5±1.0
3	0.05	26.0	5.6±0.1	0.205±0.003	73.3±2.6	53.6±7.5	35.3±0.8	-4.8±0.2	14.1±0.4	14.9±0.5	108.6±0.3
4	0.05	26.0	7.4±0.4	0.299±0.003	89.7±0.6	40.9±0.5	38.3±0.3	-5.6±0.2	14.6±0.3	15.6±0.3	111.2±0.6
5	0.04	32.2	6.7±0.2	0.253±0.004	95.8±1.4	37.6±0.5	36.2±1.4	-5.1±0.6	13.9±0.4	14.8±0.5	110.3±2.1
6	0.04	32.2	3.5±0.3	0.245±0.004	58.4±0.6	19.1±1.9	38.3±1.3	-6.5±0.1	17.1±0.2	18.3±0.2	110.7±0.5
7	0.04	32.2	4.9±0.2	0.238±0.008	84.6±3.7	49.8±0.2	39.6±0.4	-6.9±0.2	16.3±0.9	17.7±0.9	112.9±0.7
8	0.04	32.2	5.7±0.5	0.236±0.000	62.0±1.5	72.4±0.6	38.8±2.2	-6.6±0.3	14.8±1.5	16.2±1.5	114.2±1.1
9	0.03	42.6	4.2±0.1	0.185±0.003	87.4±2.4	63.9±1.3	35.2±0.6	-5.6±0.2	15.7±1.0	16.7±1.0	109.8±0.8
10	0.04	32.2	4.5±0.2	0.196±0.003	82.9±1.7	61.2±0.6	36.0±4.6	-6.1±1.3	15.9±3.4	17.0±3.6	111.0±0.5
11	0.06	20.8	6.0±0.6	0.255±0.006	79.8±2.4	47.0±1.8	32.4±1.9	-6.0±0.3	15.8±1.4	16.9±1.4	110.9±1.0
12	0.03	42.6	6.7±0.2	0.242±0.010	109.6±9.6	68.4±1.3	37.5±1.2	-5.6±0.1	15.1±0.2	16.1±0.2	110.3±0.5
13	0.06	20.8	6.8±0.0	0.302±0.001	92.2±2.2	58.8±2.5	34.8±1.3	-6.1±0.2	14.6±1.1	15.9±1.1	112.7±1.0

L^* = luminosidad del color. a^* y b^* son los componentes cromáticos. a^* = coordenadas rojo/verde (+: rojo, -: verde). b^* = coordenadas amarillo/azul (+: amarillo, -: azul). C^* = color. h^* = matiz. mg AG/g = miligramos de ácido gálico por gramo de muestra. mg TE/g = miligramos de equivalentes Trolox por gramo de muestra.

Tabla 5. Resultados experimentales y predichos de las variables de respuesta en hojas de estragón ruso (*A. dracunculus*) liofilizadas a la condición óptima (VCP = 0.06 °C/min).

Variable	Experimental	Predicción
Tiempo de secado (horas)	21.017	21.8 ± 1.681
Humedad (%)	0.06409 ± 0.003	0.0645 ± 0.012
a_w	0.30544 ± 0.005	0.304 ± 0.063
Fenoles totales (mg AG/g)	93.5184 ± 1.8074	94.307 ± 4.249
DPPH (mg TE/g)	57.7790 ± 0.8670	54.826 ± 4.063
L^*	36.7037 ± 1.697	35.033 ± 1.832
a^*	-6.4355 ± 0.646	-6.261 ± 0.742
b^*	16.4794 ± 1.697	16.287 ± 1.547
C^*	18.00 ± 2.00	18.3329 ± 1.09
h^*	107.403 ± 0.129	111.592 ± 1.32

L^* = luminosidad del color. a^* y b^* son los componentes cromáticos. a^* = coordenadas rojo/verde (+: rojo, -: verde). b^* = coordenadas amarillo/azul (+: amarillo, -: azul). C^* = color. h^* = matiz. mg AG/g = miligramos de ácido gálico por gramo de muestra. mg TE/g = miligramos de equivalentes Trolox por gramo de muestra.

Tabla 6. Resultados del ANOVA de los Atributos de calidad de hojas de *A. dracunculus* deshidratados por LIO y SC

Variable	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrática	F	Significancia (*P≤)
Humedad (%)	1.6	1	1.6	15.21	0.02
a_w	0.009	1	0.009	698.3	0.00
Fenoles	1.5	1	1.5	1.3	0.32
DPPH	445.7	1	445.7	41.1	0.00
L^*	15.6	1	15.6	8.2	0.04
a^*	4.1	1	4.1	16.5	0.01
b^*	5.2	1	5.1	21.1	0.01
C^*	3.9	1	3.9	42.2	0.00
h^*	24.5	1	24.5	43.2	0.00

L^* = luminosidad del color. a^* y b^* son los componentes cromáticos. a^* = coordenadas rojo/verde (+: rojo, -: verde). b^* = coordenadas amarillo/azul (+: amarillo, -: azul). C^* = color. h^* = matiz.

Tabla 7. Atributos de calidad para cada uno de los procesos de secado de estragón ruso (*A. dracunculus*).

Variable	Proceso de sacado		P < 0.05
	Liofilización	Convectivo	
Humedad final	0,06409 ± 0,003	0,05400 ± 0,0826	**
a_w	0,30544 ± 0,005	0,38130 ± 0,0029	**
Fenoles (mg AG/g)	93,5184 ± 1,8074	92,5282 ± 0,8123	NS
DPPH (mg TE/g)	57,7790 ± 0,8670	40,5418 ± 2,5551	**
L^*	36,7037 ± 1,697	32,4811 ± 0,2289	**
a^*	-6,4355 ± 0,646	-4,7911 ± 0,2740	**
b^*	16,4794 ± 1,697	14,6244 ± 0,3541	NS
h^*	107,403 ± 0,129	110,7330 ± 0,2390	**
C^*	17,6914 ± 1,8158	15,3892 ± 0,4477	**

L^* = luminosidad del color. a^* y b^* son los componentes cromáticos. a^* = coordenadas rojo/verde (+: rojo, -: verde). b^* = coordenadas amarillo/azul (+: amarillo, -: azul). C^* = color. h^* = matiz.

Discusión

Propiedades químicas y físicas de hojas frescas de *A. dracunculus*

Como era de esperar, se observó que la actividad del agua a_w de la planta fresca (ver Tabla 2) favorece el crecimiento de microorganismos. Los resultados de color para las hojas frescas permitieron identificar que el haz tiende a ser más oscuro, con mayor cromaticidad amarilla, menor saturación y un tono o matiz más verdoso, que el envés. No obstante, la cromaticidad verdosa no presentó diferencias ($P > 0.05$) entre ambos lados de la hoja.

Optimización del proceso de liofilización

El proceso de secado a valores altos de VCP permite obtener niveles de humedad, aproximadamente, entre el 6 y 7%, lo cual representa un valor inferior a las condiciones exigidas por las normas de exportación (< 8%) de la European Spice Association (ESA), una organización que engloba a la industria europea de especias (ESA, 2018). Cuando la VCP fue alta, los valores de a_w se incluyen en el rango entre 0.25 y 0.36, lo cual garantiza una seguridad microbiológica del producto obtenido con *A. dracunculus* en estado fresco, cuya a_w fue 0.986 ± 0.003 lo que favorece la reducción de reacciones de deterioro de los atributos de calidad (Kaya y Kahyaoglu, 2007) 25 and 35°C over a water activity (a_w). También se encontró que la VCP no influyó en los parámetros relacionados con el color ya que no se presentaron diferencias significativas entre ellos. El proceso de optimización experimental de secado por liofilización permitió alcanzar los atributos de calidad deseados a bajos tiempos de LIO.

Comparación entre liofilización vs. secado por convección

Porcentaje de humedad y a_w . Con ambos métodos se obtuvieron porcentajes de humedad inferiores a 8%, lo que permite la comercialización del producto resultante. A pesar de que se logró un menor porcentaje de humedad con el secado por convección, es necesario resaltar el hecho que con la liofilización se alcanzó una menor actividad de agua. Esto evidencia una ventaja de la LIO como método de conservación de estragón ruso. Es importante anotar que las condiciones de sensibilidad que puede presentar el producto al ataque de microorganismos y demás aspectos relacionados con la a_w , le confieren una fuerza motriz alta en el proceso de transferencia de masa con el entorno y por tanto, si el almacenamiento del producto LIO no es adecuado, puede ocurrir un incremento de humedad que altera la matriz hacia cambios en el estado amorfo vítreo en que se

encuentra, pasando a un estado gomoso, donde se aceleran los procesos de deterioro del producto, con la consecuente pérdida de muchos de sus atributos de calidad (Arabhosseini, Huisman, Van Boxtel, y Müller, 2005) *Artemisia dracunculus* L. (stem and leaf separately; en consecuencia, se deben garantizar las acciones de manejo necesarias para evitar la rehidratación del producto final.

Actividad antioxidante. La ausencia de significancia entre el contenido de polifenoles totales, indican que las condiciones de temperaturas empleadas en ambos métodos de secado fueron las adecuadas para conservar la estabilidad de los compuestos. No obstante, con la prueba DPPH se encontró mayor actividad antioxidante ($P < 0.05$) en el producto deshidratado por LIO vs. el obtenido por SC. Esta diferencia de resultados se explica porque, no toda la actividad antioxidante es ejercida por compuestos polifenólicos (Hincapié et al., 2011) y el secado por convección pudo degradar algunos de esos compuestos presentes en la planta (Gonçalves, Pinheiro, Abreu, Brandão, y Silva, 2007). Igualmente es posible que algunos compuestos son fácilmente oxidables y por tanto reaccionan con el reactivo F-C (Meda, Lamien, Romito, Millogo, y Nacoulma, 2005).

Los contenidos de fenoles obtenidos en el presente estudio con ambos tipos de deshidratación (93.5184 ± 1.8074 mg AG/g para LIO y 92.5282 ± 0.8123 mg AG/g para SC) fueron mayores que los encontrados en otros estudios con aceites esenciales (24.10 mg AG/g) por Behbahani, Shahidi, Yazdi, Mortazavi, y Mohebbi (2017). Durić et al. (2013) en extracto acuoso obtenido a $90 - 95^\circ\text{C}$ a partir de hojas de *A. dracunculus* encontraron un contenido de fenoles totales de 35.186 ± 1.896 mg AG/g, el cual es inferior al encontrado en este trabajo.

Los contenidos de polifenoles en *A. drancunculus* liofilizado le confieren al producto propiedades antioxidantes, que podrían estar relacionadas con su alto contenido de vitamina C, un poderoso agente reductor (Aglarova et al., 2008). En otras especies vegetales se ha encontrado que la liofilización es el método más indicado para conservar la vitamina C en el producto final (Shitanda y Wanjala, 2006). Durić et al. (2013) en extracto acuoso de hojas de *A. dracunculus* encontraron como principales fenoles los ácidos gálicos (0.18 mg/g), sinápico (0.73 mg/g), cafeico (7.31 mg/g) y clorogénico ($1,41$ mg/g). A partir de la misma muestra extraída en caliente los autores, usando DPPH, encontraron una IC_{50} de 0.766 mg/ml. En este caso se registró mayor capacidad antioxidante en el extracto acuoso que en el aceite esencial. Para otras especies de artemisia (*A. annua* L., *A. arborescens* (Vaill.) L., *A. ludoviciana* Nutt, *A. oleandica* (Besser) Krasch., *A. princeps*

Pamp. y *A. stelleriana* Bess) se encontró que los fenoles dominantes eran ácidos hidroxibenzoicos (ácido ferúlico y cafeico como los más dominantes) e hidroxicinnámicos (principalmente ácido gálico), flavonoles y catequinas (Carvalho, Cavaco, y Brodelius, 2011).

Existen numerosas evidencias que muestran la mejor conservación de los polifenoles y de la actividad antioxidante en diferentes matrices vegetales cuando se deshidrata usando liofilización vs. el secado por convección forzada. Entre ellas, los estudios realizados con muscadina (*Vitis rotundifolia* Michx.) (Vashisth, Singh, y Pegg, 2011) vacuum belt drying (VBD, cascara de granada (*Punica granatum* L.) (Marchi et al., 2015) y frutas de madroño (*Arbutus unedo* L.) (Orak et al., 2012). Se ha encontrado que la pérdida de los polifenoles en los métodos de secado por convección forzada, no solo obedece a la exposición de la matriz a largos tiempos de proceso a altas temperaturas, sino también a la actividad de la polifenol oxidasa, al contenido de ácido orgánico, a la concentración de azúcar o al pH (Vashisth et al., 2011).

La capacidad antioxidante de los extractos de estragón ruso, usando los métodos de F-C y DPPH, en el presente estudio fueron superiores a los obtenidos por Durić et al., (2013) usando la misma especie de planta cosechada en Sarajevo (Bosnia y Herzegovina). Este potencial podría ser útil en la industria alimentaria, farmacéutica e industrias de cosmetología. Existe entonces la necesidad de realizar experimentos de fraccionamiento para evaluar los compuestos activos individualmente.

Color. El efecto del tipo de proceso, LIO o SC, presentó diferencias ($P < 0.05$) en el parámetro luminosidad (L^*), lo que indica que las muestras LIO son más claras que las SC, y sugiere que esta condición puede atribuirse a la forma de vidrio altamente poroso que presenta la estructura LIO permitiendo el paso de la luz y, por otro lado, al colapso microestructural de la matriz SC (contracción volumétrica) (Orrego Alzate, 2008). El parámetro a^* , que va desde colores verdes a rojos, muestra que las hojas LIO son significativamente más verdes que las FC. Comparando las características de color de las muestras deshidratadas por ambos métodos con respecto al producto fresco (Tablas 2 y 7) se observa que la liofilización permite conservar valores más cercanos a la planta fresca que el secado por convección en los valores de L^* y a^* , lo que significa que la luminosidad y la tonalidad verde son similares entre LIO y la hoja fresca, tanto por el haz como por el envés, en comparación con FC que tiende a ser más oscuro y menos verde. Estos cambios de color posiblemente son debidos a la degradación de carotenoides (Gonçalves et al., 2007) o a la degradación de la clorofila por

las altas temperaturas (Arabhosseini et al., 2011), lo cual es seguido por pardeamiento enzimático, provocado por la interacción de la enzima polifenol oxidasa con el oxígeno y los polifenoles presentes, generando un oscurecimiento (Argyropoulos y Müller, 2014; Zuluaga, Rodríguez, y Rodríguez-Sandoval, 2010). Se encontraron valores similares para el parámetro b^* en ambos tipos de secado y para la hoja fresca por ambos lados. Es importante aclarar que aunque el ANOVA mostró diferencias ($P < 0.05$) en esta variable entre las muestras obtenidas a partir de ambos tipos de secado, en la prueba estas diferencias no se encontraron, a pesar de que dicha prueba declara como significativas diferencias muy pequeñas (Gutiérrez Pulido y De La Vara Salazar, 2012).

Conclusiones

Las velocidades de calentamiento de placa (VCP) durante el proceso LIO, evaluadas en esta investigación, no afectaron las propiedades físicoquímicas y color de las hojas de estragón ruso, por el contrario, el tiempo fue la variable de respuesta más representativa.

El método de secado LIO presentó características favorables como menor deterioro de color, menor a_w , similar contenido fenólico y superior capacidad antioxidante, cuando se compara con el método de secado por convección.

El estragón ruso cultivado en el oriente antioqueño (Colombia) presentó mejores características de actividad de agua, capacidad antioxidante y color en comparación con las estudiadas en otras regiones tropicales y templadas.

Referencias

- Aglarova, A. M.; Zilfikarov, I. N.; y Severtseva, O. V. 2008. Biological characteristics and useful properties of tarragon (*Artemisia dracunculoides* L.) (review. *Pharmaceutical Chemistry Journal*, 42(2), 81–86. <https://doi.org/10.1007/s11094-008-0064-3>
- AOAC. 2005. Official methods of analysis of AOAC International. W. Horwitz, Ed.) (18th ed.. AOAC International.
- Arabhosseini, A.; Huisman, W.; Van Bostel, A.; y Müller, J. 2005. Modeling of the Equilibrium Moisture Content (EMC) of Tarragon (*Artemisia dracunculoides* L.. *International Journal of Food Engineering*, 1(5), art 7. Retrieved from <http://www.bepress.com/ijfe>
- Arabhosseini, A.; Padhye, S.; Huisman, W.; van Bostel, A.; y Müller, J. 2011. Effect of Drying on the Color of Tarragon (*Artemisia dracunculoides* L.) Leaves. *Food and Bioprocess Technology*, 4(7), 1281–1287. <https://doi.org/10.1007/s11947-009-0305-9>
- Argyropoulos, D.; y Müller, J. 2014. Kinetics of change in colour and rosmarinic acid equivalents during convective drying of lemon balm (*Melissa officinalis* L.). *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*, 1(1), e15–e22. <https://doi.org/10.1016/J.JARMAP.2013.12.001>
- Behbahani, B. A.; Shahidi, F.; Yazdi, F. T.; Mortazavi, S. A.; y Mohebbi, M. 2017. Antioxidant activity and antimicrobial effect of tarragon (*Artemisia dracunculoides*) extract and chemical composition of its essential oil. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(2), 847–863. <https://doi.org/10.1007/s11694-016-9456-3>
- Briars, R.; y Paniwnyk, L. 2013. Effect of ultrasound on the extraction of artemisinin from *Artemisia annua*. *Industrial Crops and Products*, 42, 595–600. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2012.06.043>
- Carvalho, I. S.; Cavaco, T.; y Brodelius, M. 2011. Phenolic composition and antioxidant capacity of six artemisia species. *Industrial Crops and Products*, 33(2), 382–388. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.11.005>
- Chen, S.-L.; Yu, H.; Luo, H.-M.; Wu, Q.; Li, C.-F.; y Steinmetz, A. 2016. Conservation and sustainable use of medicinal plants: problems, progress, and prospects. *Chinese Medicine*, 11(1), 37. <https://doi.org/10.1186/s13020-016-0108-7>
- Del Castillo, E.; Montgomery, D. C.; y McCarville, D. R. 1996. Modified Desirability Functions for Multiple Response Optimization. *Journal of Quality Technology*, 28(3), 337–345. <https://doi.org/10.1080/00224065.1996.11979684>
- Durić, K.; Kovač-Bešović, E.; Nikšić, H.; y Sofić, E. 2013. Antioxidant activity of water extracts and essential oil of *Artemisia dracunculoides* L., Asteraceae. *Medicinski Žurnal*, 19(2), 94–99. Retrieved from <http://eds.b.ebscohost.com/eds/pdfviewer/pdfviewer?vid=1&sid=6e944728-51b7-4910-aaf2-be728fbad843%40pdc-v-sessmgr01>
- ESA. 2018. European Spice Association *Quality Minima Document*. Retrieved from <https://www.esa-spices.org/index-esa.html/publications-esa>
- Gonçalves, E. M.; Pinheiro, J.; Abreu, M.; Brandão, T. R. S.; y Silva, C. L. M. 2007. Modelling the kinetics of peroxidase inactivation, colour and texture changes of pumpkin (*Cucurbita maxima* L.) during blanching. *Journal of Food Engineering*, 81(4), 693–701. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.01.011>
- Gutiérrez Pulido, H.; y De La Vara Salazar, R. 2012. *Análisis y Diseño de experimentos* (Tercera ed. México DF: McGraw-Hill Interamericana Editores.
- Hincapié, C. A.; Monsalve, Z.; Seigler, D. S.; Alarcón, J.; y Céspedes, C. L. 2011. Antioxidant activity of *Blechnum chilense* (Kaulf.) Mett., *Curcuma domestica* Valetton and *Tagetes verticillata* Lag. y Rodríguez. *Boletín Latinoamericano y Del Caribe de Plantas Medicinales y Aromáticas*, 10(4), 315–324. Retrieved from http://www.blacpma.usach.cl/images/docs/010-004/005_hincapie.pdf
- Huertas-García, R.; Gázquez-Abad, J. C.; Martínez-López, F. J.; y Esteban-Millat, I. 2013. Using Response Surface Methodology to Optimise Factors

- in Conjoint Experiments. *International Journal of Market Research*, 55(2), 267–288. <https://doi.org/10.2501/IJMR-2013-023>
- Ibraheem, N. A.; Hasan, M. M.; Khan, R. Z.; y Mishra, P. K. 2012. *ARNP Journal of Science and Technology*:: Understanding Color Models: A Review. *ARNP Journal of Science and Technology*, 2(3), 265–275. Retrieved from <http://www.ejournalofscience.org>
- Kaya, S.; y Kahyaoglu, T. 2007. Moisture sorption and thermodynamic properties of safflower petals and tarragon. *Journal of Food Engineering*, 78(2), 413–421. <https://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2005.10.009>
- Lopez-Quiroga, E.; Antelo, L. T.; y Alonso, A. A. 2012. Time-scale modeling and optimal control of freeze-drying. *Journal of Food Engineering*, 111(4), 655–666. <https://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2012.03.001>
- Marchi, L. B.; Monteiro, A. R.; Mikcha, J. M.; Santos, A. R.; Chinellato, M. M.; Marques, D. R.; ... Costa, S. C. 2015. Evaluation of antioxidant and antimicrobial capacity of pomegranate Peel Extract (*Punica Granatum* L.) under different drying temperatures. In *Chemical engineering transactions* (Vol. 44). <https://doi.org/10.3303/CET1544021>
- Meda, A.; Lamien, C. E.; Romito, M.; Millogo, J.; y Nacoulma, O. G. 2005. Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. *Food Chemistry*, 91(3), 571–577. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.10.006>
- Miron, T. L.; Plaza, M.; Bahrim, G.; Ibáñez, E.; y Herrero, M. 2011. Chemical composition of bioactive pressurized extracts of Romanian aromatic plants. *Journal of Chromatography A*, 1218(30), 4918–4927. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2010.11.055>
- Orak, H.; Aktas, T.; Yagar, H.; İsbilir, S. S.; Ekinçi, N.; y Sahin, F. H. 2012. Effects of hot air and freeze drying methods on antioxidant activity, colour and some nutritional characteristics of strawberry tree (*Arbutus unedo* L.) fruit. *Food Science and Technology International*, 18(4), 391–402. <https://doi.org/10.1177/1082013211428213>
- Orrego Alzate, C. E. 2008. Congelación y liofilización de alimentos. Manizales, Caldas, Colombia: Universidad Nacional de Colombia. Retrieved from <http://www.bdigital.unal.edu.co/7837/1/9789584444363.pdf>
- Ratti, C. 2013. *Freeze drying for food powder production*. In *Handbook of Food Powders* (pp. 57–84). Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1533/9780857098672.1.57>
- Rodríguez, Y.; Sánchez-Catalán, F.; Rojano, B.; Durango, D.; Gil, J.; y Marín-Loaiza, J. 2012. Caracterización fisicoquímica y evaluación de la actividad antioxidante de propóleos recolectados en el departamento del Atlántico, Colombia. *Revista U.D.C.A Actualidad y Divulgación Científica*, 15(2), 303–311. Retrieved from http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0123-42262012000200007
- Shitanda, D.; y Wanjala, N. V. 2006. Effect of different drying methods on the quality of jute (*Corchorus olitorius* L.). *Drying Technology*, 24(1), 95–98. <https://doi.org/10.1080/07373930500538865>
- Vashisth, T.; Singh, R. K.; y Pegg, R. B. 2011. Effects of drying on the phenolics content and antioxidant activity of muscadine pomace. *LWT - Food Science and Technology*, 44(7), 1649–1657. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2011.02.011>
- Zuluaga, J. D.; Rodríguez, M. C.; y Rodríguez-Sandoval, E. 2010. Evaluación de las características físicas de mango deshidratado aplicando secado por aire caliente y deshidratación osmótica. *Revista de La Facultad de Ingeniería U.C.V.*, 25(4), 127–135.