

Efecto de la tecnología y condiciones de secado en el contenido de componentes bioactivos y minerales de microalga *Scenedesmus obliquus*

Effect of drying technology and conditions on bioactive component and mineral content of microalgae *Scenedesmus obliquus*

Luz Marina Zapata^{1,2}, Cecilia Cabrera¹, Evelin Carlier¹, Mercedes Rasia¹, Gianella Itatí Dalzotto¹,
Sofía Carla Aumenta¹, Tomás Russo¹, Fiana Ayelén Schiebert¹, Natalia Sacks¹

1. Facultad de Ciencias de la Alimentación de la Universidad Nacional de Entre Ríos. Avenida Monseñor Tavella 1450-Concordia-3200.
2. Instituto de Ciencia y Tecnología de los Alimentos de Entre Ríos (ICTAER). Avenida Monseñor Tavella 1450-Concordia-3200.

E-mail: luzmarina.zapata@uner.edu.ar

Resumen

Las microalgas son fuentes de nutrientes, pero se requieren tecnologías para prolongar su vida útil. Se estudió el efecto de las tecnologías de liofilización (L) y secado por atomización (SA) en componentes bioactivos y minerales de microalga *Scenedesmus obliquus*. La microalga fue cultivada en medio Allen y Arnon en fotobiorreactores de 25L. Cuando se alcanzó la fase estacionaria, las microalgas fueron cosechadas y deshidratadas por L y SA. En la L se trabajó con discos de 2cm de diámetro y espesores de 5, 20 y 20mm. En el SA se estudiaron 3 factores experimentales: material de pared (maltodextrina y gelatina), temperatura de ingreso de aire al secadero (130 y 150°C) y caudal de alimentación (6 y 9mL/min). Las variables respuesta fueron: humedad (H), carotenoides totales (CT), fenoles totales (FT) y minerales (M). En la L se logró mayor retención de los analitos de interés en los discos de microalga de 5mm de espesor; siendo H=5,98g/100g, CT=91,78mg/g, FT=30,08mg/g y M=0,04-13,24mg/g. En el SA el mejor tratamiento fue con maltodextrina, temperatura de 130°C y 6 mL/min, logrando H=6,85g/100g, CT=16,91mg/g, FT=16,87mg/g y M=0,04-13,24mg/g, dependiendo del mineral. Se concluye que con la liofilización se alcanzaron mayores concentraciones de componentes de interés, pero ambas tecnologías pueden ser consideradas para la deshidratación de microalgas.

Palabras clave: microalga, liofilización, secado por atomización.

Abstract

Microalgae are sources of nutrients, but technologies are required to extend their useful life. The effect of lyophilization (L) and spray drying (SD) technologies in bioactive and mineral components of microalga *Scenedesmus obliquus* was studied. Microalga was cultivated in Allen and Arnon medium in 25L photobioreactors. When stationary phase was reached, microalgae were harvested and dehydrated by L and SD. In lyophilization, discs of 2cm in diameter and a thickness of 5, 20 and 20mm were utilized. In SD three experimental factors were studied: wall-material (maltodextrin and gelatin), air inlet temperature to the dryer (130 and 150°C) and feed flow (6 and 9mL/min). Response variables were: moisture (M), total carotenoids (TC), total phenols (FT) and minerals (M). Lyophilization achieved a major retention of analytes of interest in microalga discs of 5mm thickness; where M=5.98g/100g, TC=91.78mg/g, TF=30.08mg/g and M=0.04-13.24mg/g. The best spray drying treatment was with maltodextrin, at 130°C and 6mL/min, achieving H = 6.85g/100g, TC=16.91mg/g, FT=16.87mg/g and M=0.04 -13.24mg/g, depending on the mineral. In conclusion, with lyophilization higher concentrations of components of interest were reached, both technologies could be considered for the dehydration of microalgae.

Keywords: microalgae, lyophilization, spray drying.

1. Introducción

Las microalgas constituyen una fuente de metabolitos secundarios de interés para la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética, tales como proteínas, vitaminas, antioxidantes, polisacáridos, ácidos grasos poliinsaturados, minerales (Quevedo et al., 2008; Plaza del Moral, 2010; De Marchin et al., 2015; Tramontin et al., 2018;).

Por su elevado contenido de nutrientes con propiedades beneficiosas para la salud humana, ciertas microalgas se consideran alimentos funcionales (Quevedo et al., 2008), que son de interés en la industria alimentaria. Varios estudios han reportado que bajo diferentes condiciones de estrés las microalgas producen compuestos bioactivos como un mecanismo de protección celular (Dammak et al., 2018).

Estudios realizados con microalgas han atraído la atención de las industrias farmacéutica y de alimentos debido a su alto contenido de compuestos bioactivos. Sin embargo, su alto contenido de humedad contribuye a la degradación de estos compuestos y hace que las microalgas sean muy perecederas (Silva et al., 2019). Por lo tanto, se debe emplear alguna técnica de preservación como el secado, que facilite el almacenamiento prolongado y el fácil transporte desde los sitios locales de producción de microalgas a las plantas de procesamiento (Costa et al., 2016).

La liofilización es un proceso de secado utilizado en la industria de los alimentos, farmacéutica y biotecnológica, con el fin de estabilizar y conservar productos, reduciendo así las pérdidas de compuestos lábiles en virtud de que es una tecnología que trabaja a muy bajas temperaturas. El proceso consiste en una congelación del material de interés, seguida de la sublimación del hielo a presión subatmosférica (Cortés et al., 2015).

El secado por atomización también es una técnica ampliamente utilizada en la industria alimentaria, que consiste en la formación de gotas pequeñas dentro de la cámara de secado, la que se encuentra a elevada temperatura, dando lugar a la formación de polvo en donde se encuentran microencapsulados los analitos de interés (Cardona-Tangarife, et al., 2021). Este proceso se compone de cuatro pasos básicos: i) atomización, ii) contacto entre gotas y aire caliente, iii) evaporación de agua y iv) separación aire-polvo. (Sagar y Suresh-Kumar, 2010). Se caracteriza por ser una técnica rápida, altamente reproducible, apropiada para aplicaciones industriales y cuyos costos de procesamiento son

relativamente bajos (Desai y Park, 2005). En el secado por atomización se suelen utilizar materiales de pared, como maltodextrina, goma arábica, gelatina, entre otros, que sirven como protección de los analitos de interés; tales como los de la presente investigación, carotenoides, compuestos fenólicos y minerales (Bonilla-Ahumada et al., 2018). Referido a la temperatura de trabajo algunos autores señalan que el secado por atomización es una técnica que tiene la capacidad de evaporar la humedad rápidamente y que mantiene una temperatura baja en las partículas de interés (Cardona-Tangarife, et al., 2021), otros mencionan que el deterioro por altas temperaturas en el producto es relativamente pequeño debido a los cortos tiempos de procedimiento (Cortés-Rojas et al., 2015; Campelo et al., 2018), mientras que hay publicaciones que indican que la principal desventaja es el empleo de elevadas temperaturas necesarias en el proceso de evaporación del solvente, las cuales pueden afectar los analitos que se desean preservar (Desai y Park, 2005).

Por tal motivo es que se considera que deben realizarse estudios para cada matriz particular para conocer el efecto de tecnologías y variables de secado en los compuestos bioactivos de interés.

El objetivo de la investigación fue estudiar el efecto de las tecnologías de liofilización y secado por atomización en los componentes bioactivos y minerales presentes en microalga *Scenedesmus obliquus*.

2. Materiales y métodos

Microalga y obtención de cultivo

Se trabajó con microalga autóctona de la provincia de Entre Ríos (Argentina) *Scenedesmus obliquus* aislada por el grupo de investigación del Embalse Salto de Grande a 30° 59' 19,07'' de latitud sur y 57° 54' 19,24'' de latitud oeste (Jimenez-Veuthey et al., 2018). La microalga fue cultivada en medio Allen y Arnon modificado en fotobiorreactores de 25 L (Figura 1) dentro de cámara de cultivo a 25 ± 1 °C, 55-60 % HR y fotoperíodo luz:oscuridad donde la irradiancia se fue modificando según se señala a continuación: 8,75 μmol/(m² s) – 2 h; 17,50 μmol/(m² s) – 3 h; 26,25 μmol/(m² s) – 6 h; 17,50 μmol/(m² s) – 3 h, 8,75 μmol/(m² s) – 2 h y oscuridad 8 h.

Para mantener el cultivo de manera homogénea se colocó aireación continua en cada fotobiorreactor utilizando un compresor (GAST, 3HBE-31T-M303X) cuya función fue enviar aire a través de tubería de 4 mm de diámetro interior y 6 mm de

diámetro conectada a una válvula de 6 mm. La inyección de aire fue de 0,78 Laire/(min Lcultivo).



Figura 1. Cultivo de microalga *Scenedesmus obliquus* en fotobiorreactores de 25 L.

Para conseguir un medio de cultivo con elevada concentración de microalgas y lograr mayor concentración de componentes biactivos el día 18 de cultivo se incorporó al medio de cultivo 0,24 g/L de úrea y 5,02 g/L de acetato de sodio como fuentes de nitrógeno y carbono. El día 35 comenzó la fase estacionaria y en el día 40 se procedió a la concentración del cultivo microalgal. Para ello se agregó una solución de quitosano al 0,8 % acidificada con ácido acético al 1 % con el fin de provocar la floculación de las microalgas y obtener un cultivo microalgal concentrado.

Secado por liofilización

El cultivo microalgal concentrado se centrifugó y las microalgas fueron recolectadas para llevar a cabo el secado por liofilización. La biomasa microalgal se moldeó en cilindros de 2 cm de diámetro y en espesores de 5, 10 y 20 mm. Los cilindros fueron congelados en freezer doméstico y liofilizados en liofilizador (HETO DRYWINER) a -90 °C hasta peso constante. A continuación se cuantificaron: fenoles totales, carotenoides totales, minerales y humedad.

Secado por atomización

Material de pared. El cultivo microalgal concentrado fue mezclado con material de pared previo a la etapa de secado y el conjunto se mantuvo en fotobiorreactores durante 24 h. Se trabajó con dos materiales de pared: maltodextrina (20 %) y gelatina (2 %).

Secado por atomización. La deshidratación de la biomasa se realizó por secado por atomización en Mini Spray Dryer (Büchi Labortechnik AG, Modelo: B-290) (Figura 1).



Figura 2. Secado por atomización de microalga *Scenedesmus obliquus* en Mini Spray Dryer (Büchi Labortechnik AG, Modelo: B-290).

En el secado por atomización se llevaron a cabo 12 tratamientos según se señala a continuación.

- 1) M-150°C-6. Material de pared: 20 % de maltodextrina, temperaturas del aire de entrada: 150 °C, caudal de alimentación: 6 mL/min. La temperatura de salida estuvo determinada por la temperatura y caudal antes mencionados. Para este tratamiento la temperatura de salida fue 85 °C.
- 2) M-150°C-9. Material de pared: 20 % de maltodextrina, temperaturas del aire de entrada: 150 °C, caudal de alimentación: 9 mL/min, temperatura de salida: 75 °C.
- 3) M-130°C-6. Material de pared: 20 % de maltodextrina, temperaturas del aire de entrada: 130 °C, caudal de alimentación: 6 mL/min, temperatura de salida: 73 °C.
- 4) M-130°C-9. Material de pared: 20 % de maltodextrina, temperaturas del aire de entrada: 130 °C, caudal de alimentación: 9 mL/min, temperatura de salida: 58 °C.
- 5) G-150°C-6. Material de pared: 2 % de gelatina, temperaturas del aire de entrada: 150 °C, caudal de alimentación: 6 mL/min, temperatura de salida: 85 °C.
- 6) G-150°C-9. Material de pared: 2 % de gelatina, temperaturas del aire de entrada:

- 150 °C, caudal de alimentación: 9 mL/min, temperatura de salida: 75 °C.
- 7) G-130°C-6. Material de pared: 2 % de gelatina, temperaturas del aire de entrada: 130 °C, caudal de alimentación: 6 mL/min, temperatura de salida: 73 °C.
 - 8) G-130°C-9. Material de pared: 2 % de gelatina, temperaturas del aire de entrada: 130 °C, caudal de alimentación: 9 mL/min, temperatura de salida: 58 °C.
 - 9) 150°C-6. Biomasa microalgal sin material de pared, temperaturas del aire de entrada: 150 °C, caudal de alimentación: 6 mL/min, temperatura de salida: 85 °C.
 - 10) 150°C-9. Biomasa microalgal sin material de pared, temperaturas del aire de entrada: 150 °C, caudal de alimentación: 9 mL/min, temperatura de salida: 75 °C.
 - 11) 130°C-6. Biomasa microalgal sin material de pared, temperaturas del aire de entrada: 130 °C, caudal de alimentación: 6 mL/min, temperatura de salida: 73 °C.
 - 12) 130°C-9. Biomasa microalgal sin material de pared, temperaturas del aire de entrada: 130 °C, caudal de alimentación: 9 mL/min, temperatura de salida: 58 °C.

La presión de pulverización se mantuvo constante en 45 bar.

En el material microencapsulado en cada tratamiento se cuantificó la humedad, concentración de carotenoides totales, fenoles totales y minerales.

Técnicas analíticas

Fenoles Totales. Se cuantificaron mediante el método que consiste en la reducción del reactivo de Folin-Ciocalteu (Copia et al., 2012; Zia y Alibas, 2021). Este reactivo es una mezcla de ácidos fosfowolfrámico y fosfomolibdico en medio básico, que se reduce al oxidar los compuestos fenólicos de la muestra originando óxidos azules de wolframio (W8O23) y molibdeno. Se midió la absorbancia del color azul desarrollado a 760 nm en espectrofotómetro HACH, DR-6000. La curva de calibrado se construyó tomando como referencia estándar de ácido gálico. Los resultados se expresaron en mg de equivalentes de ácido gálico (EAG)/g_{ms} (ms: materia seca).

Carotenoides totales. Por Espectroscopía con espectrofotómetro HACH, DR-6000 midiendo la absorbancia a 480 nm (Lira et al., 2017; Arredondo-Vega et al., 2007). Se construyó curva de calibrado

con β-caroteno. Los resultados se expresaron en mg β-caroteno/gms.

Minerales (Sodio, Potasio, Magnesio, Calcio, Hierro, Zinc y Manganeso): Previo a la cuantificación de minerales la biomasa deshidratada fue digerida. Para ello a 2 g de biomasa deshidratada y se mezcló con 10 mL de ácido nítrico 70%, se llevó a cabo la digestión en plataforma de reacción por microondas (ANTON PAAR, MULTIWAVE PRO). A continuación se llevó a volumen con agua bidestilada y se inyectó en Espectrómetro de Emisión Atómica de Plasma (Agilent, 4200 MP-AES) (Normas APHA-Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 3111). Para cada mineral se utilizaron estándares AccuTrace. Los resultados se expresaron en mg/ kg_{ms}.

Humedad. Según metodología AOAC. Para ello 1 g de muestra será calentada a 105 °C hasta obtener peso constante. Los resultados se expresaron en g/100g.

Análisis estadístico

Los resultados se analizaron estadísticamente con software STATGRAPHICS® Centurión XVI mediante Análisis de Varianza (ANOVA) y el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher (P < 0,05).

3. Resultados y Discusión

Cultivo microalgal concentrado

Las microalgas en la fase estacionaria alcanzaron una densidad celular de $3,2 \times 10^7$ células/mL. A los 40 días de cultivo se efectuó la etapa de coagulación de las microalgas con quitosano para lograr un medio con mayor concentración de microalgas al momento de efectuar la etapa de secado.

Luego de 5 min de agregado el quitosano se produjo la floculación y las microalgas se localizaron en mayor proporción en la parte superior de los fotobiorreactores, por lo que se extrajo parte del medio de cultivo con menor proporción de microalga quedando los fotobiorreactores con medio de cultivo con una concentración mayor de microalgas. Así, la proporción de microalgas frescas pasó de 1% a 10 % en el medio de cultivo. El medio de cultivo con menor concentración de microalgas se colocó en otros fotobiorreactores para continuar con el cultivo de microalgas.

Secado por liofilización

La apariencia de la biomasa microalgal liofilizada se puede observar en la Figura 3. El tiempo de secado fue de 20, 32 y 48 h para los cilindros de 5, 10 y 20 mm de espesor; respectivamente. En este tiempo no se tuvo en cuenta el tiempo correspondiente a la congelación.



Figura 3. Microalga *Scenedesmus obliquus* deshidratada por liofilización.

El contenido de componentes bioactivos y de minerales varió según el espesor de los cilindros de biomasa microalgal según se muestra en la Tabla 1. La concentración de carotenoides totales para los cilindros de 5 mm de espesor fue 1,7 veces más elevada que para los cilindros de 10 y 20 mm; mientras que el contenido de fenoles totales en dichos cilindros fue 14 veces superior que los fenoles totales presentes en los cilindros de 10 mm y 38 veces más alta que la obtenida para los cilindros de 20 mm.

Tabla 1. Contenido de componentes bioactivos y minerales en discos de microalga liofilizada.

Componente	Espesor 5 mm	Espesor 10 mm	Espesor 20 mm
Humedad, g/100 g	5,98±0,61 ^a	6,20±0,68 ^a	6,31±0,65 ^a
Carotenoides totales, mg β-caroteno/g _{ms}	91,75±8,16 ^a	53,09±5,33 ^b	52,49±3,83 ^b
Fenoles totales, mg EAG/g _{ms}	30,08±2,45 ^a	2,14 ^c , 20 ^b	0,79±0,06 ^c
Sodio, mg/g _{ms}	13,24±0,01 ^a	9,30±0,01 ^b	13,27±0,01 ^a
Potasio, mg/g _{ms}	9,54±0,01 ^b	10,19±0,10 ^a	9,58±0,01 ^b
Calcio, mg/g _{ms}	3,38±0,02 ^b	3,10±0,08 ^b	4,17±0,04 ^a
Magnesio, mg/g _{ms}	1,95±0,01 ^a	1,86±0,02 ^b	1,74±0,05 ^c
Hierro, mg/g _{ms}	0,80±0,04 ^b	1,07±0,10 ^a	0,69±0,01 ^c
Zinc, mg/g _{ms}	0,04±0,00 ^a	0,04±0,00 ^a	0,03±0,00 ^b

En cuanto al contenido mineral, si bien hubo diferencias para los distintos espesores, estas diferencias no fueron tan importantes como para los compuestos carotenoides y fenólicos.

En términos generales se puede señalar que cuanto menor fue el espesor de los cilindros mayor fue contenido de los analitos de interés.

Secado por atomización

En la Figura 4 se puede observar los polvos de biomasa microalgal obtenidos para diferentes tratamientos. Los materiales encapsulados con maltodextrina tuvieron una coloración ligeramente verdosa y los encapsulados con gelatina, una tonalidad verdosa.



Figura 4. Microalga *Scenedesmus obliquus* microencapsulada con maltodextrina (izquierda) y gelatina (derecha) como materiales de pared.

Los tiempos de secado con esta tecnología fueron muy cortos. Los tratamientos llevados a cabo a 130 °C tuvieron un tiempo de retención del producto en el secadero de 7 s y a 150 °C, 10 s.

Humedad

El contenido de humedad cuando se trabajó con 20 % de maltodextrina como material de pared estuvo comprendido entre 5,88 y 9,65 g/100 g y cuando se usó 2 % de gelatina, entre 8,00 y 24,60 g/100 g (Tabla 2). No se observaron diferencias significativas entre los valores medios de contenido de humedad de los tratamientos M-150 °C -6, M-150 °C-9 y M-130 °C -6 como tampoco entre M-130 °C -9 y G-130 °C -9; entre las medidas de los demás tratamientos se obtuvieron diferencias significativas.

Con maltodextrina el tratamiento que consistió en una menor temperatura de entrada de aire al secadero y mayor caudal de alimentación (M-130 °C-9) fue el que mostró más elevado contenido de humedad, alcanzando los

9,65 ± 0,42 g/100 g; mientras que los tratamientos que consistieron en temperatura de secado más elevada o menor caudal tuvieron una humedad entre 5,88 y 6,85 g/100 g. Este fenómeno fue informado por Bonilla-Ahumada et al. (2018) argumentando que la humedad relativa de los productos microencapsulados disminuye a medida que aumenta la temperatura de secado. Con 2 % de gelatina los tratamientos que consistieron en un caudal de alimentación de 6 mL/min tuvieron valores muy elevados de humedad, 24,60 ± 1,15 g/100 g para el caso de G-150 °C -6 y 17,43 ± 0,80 para G-130 °C -6. En G-150 °C -9 se obtuvo el valor más bajo de humedad (8,00 ± 0,66 g/100g).

Tabla 2. Contenido de humedad y de componentes bioactivos en biomasa de microalga *Scenedesmus obliquus* deshidratada por atomización.

Tratamiento	Humedad g/100g	Carotenoides totales mg/g _{ms}	Fenoles totales mg/g _{ms}
M-150°C-6	5,93±0,27 ^a	14,88±0,45 ^a	14,11±0,73 ^a
M-150°C-9	5,88±0,21 ^a	17,13±1,20 ^b	7,23±0,28 ^b
M-130°C-6	6,85±0,43 ^a	16,91±1,02 ^{bc}	16,87±0,85 ^c
M-130°C-9	9,65±0,42 ^b	19,06±0,62 ^c	14,87±0,91 ^a
G-150°C-6	24,60±1,15 ^c	19,23±0,91 ^c	0,88±0,06 ^d
G-150°C-9	8,00±0,66 ^d	19,28±0,95 ^c	3,41±0,18 ^b ^e
G-130°C-6	17,43±0,80 ^e	17,96±0,74 ^{bc}	8,13±0,84 ^b
G-130°C-9	9,06±0,36 ^b	23,98±0,96 ^d	4,65±0,15 ^f
150°C-6	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
150°C-9	26,85±2,15 ^f	49,48±1,97 ^e	3,06±0,17 ^e
130°C-6	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
130°C-9	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		

Referido al material de pared, con maltodextrina la biomasa microalgal deshidratada tuvo menor contenido de humedad que con gelatina, con excepción de los tratamientos M-130 °C -9 y G-130 °C -9; que no tuvieron diferencias significativas. La mayor humedad en los tratamientos con gelatina fue atribuida a que la solubilidad de la gelatina en agua es afectada por la temperatura. En agua fría la gelatina es relativamente insoluble, mientras que en agua caliente solubiliza fácilmente. Por lo que el mayor contenido de humedad en la biomasa de microalga microencapsulada con gelatina, especialmente en el tratamiento G-150 °C-6 fue atribuido a la mayor hidratación de este material de pared durante el secado por atomización.

Estos resultados no son coincidentes con los obtenidos por Bonilla-Ahumada et al. (2018), quienes obtuvieron menor humedad en la microalga *Tetraselmis chuii* deshidratada cuando utilizaron como material de pared maltodextrina:goma arábica (60:40) que cuando utilizaron gelatina. Estos autores justificaron sus resultados señalando que la gelatina al ser una proteína es insoluble en agua, por lo que durante el secado ésta no retiene tanta humedad como los carbohidratos.

Carotenoides totales.

Cuando se utilizó maltodextrina como material de pared el contenido de carotenoides totales en las microalgas deshidratadas estuvo comprendido entre 14,88 y 19,06 mg β-caroteno/gms, observándose diferencias significativas entre todos los tratamientos, excepto entre M-150 °C -9 y M-130 °C -6 (Tabla 2).

Tanto para la temperatura del aire de entrada al secadero de 150 °C como para 130 °C la concentración de carotenoides totales fue superior al caudal de alimentación de 9 mL/min; mientras que para un mismo caudal de alimentación el contenido de este componente bioactivo fue superior a la menor temperatura de trabajo.

Se puede ver en la tabla que el tratamiento M-130°C-9 fue con el que se obtuvo mayor concentración de carotenoides totales. Sin embargo, de los tratamientos con maltodextrina este fue el que dio como producto una biomasa microalgal deshidratada con mayor contenido de humedad (9,65 ± 0,42 g/100g). Desde el punto de vista de la vida útil del producto es de interés lograr menores contenidos de humedad, por lo que los tratamientos M-150 °C -9 y M-130 °C-6 serían mejores ya que se lograron biomásas deshidratadas con 5,88 ± 0,21 y 6,85 ± 0,43 g/100 g de humedad y concentraciones de carotenoides totales de 17,13 ± 1,20 y 16,91 ± 1,02 mg β-caroteno/gms; respectivamente.

Cuando el material de pared consistió en gelatina el rango de variación de carotenoides totales estuvo comprendido entre 17,96 y 23,98 mg β-caroteno/gm. Se encontró diferencias estadísticas significativas entre las medias de carotenoides totales de los tratamiento G-130°C-9 y las medias de los demás tratamientos; sin embargo, no hubo diferencias entre las concentraciones de los tratamientos G-150°C-6, G-150°C-9 y G-130°C-6.

Para este material de pared el contenido de carotenoides totales se conservó mejor cuando el secado se llevó a cabo con 2 % de gelatina, temperatura de entrada de aire al secadero de 130 °C y caudal de alimentación de 9 mL/min; logrando 23,98 ± 0,96 mg β-caroteno/gms y una humedad de 9,06 ± 0,36 g/100 g. Esta humedad podría ser elevada desde el punto de vista de la caducidad del producto. Para los tratamientos con gelatina, la biomasa deshidratada con menor humedad se logró con el tratamiento G-150 °C -9 con 8,00 ± 0,66 g/100g de humedad y 24 % menos de carotenoides que el tratamiento G-150 °C -9.

Para las mismas condiciones de temperatura y caudal y diferente material de pared, el contenido de carotenoides totales fue superior cuando se utilizó 2 % de gelatina, con excepción del tratamiento G-130 °C -6 que no tuvo diferencias significativas con M-130 °C -6. En los tratamientos G-150 °C-6, G-150 °C-9 y G-130 °C-9 los contenidos de carotenoides totales fueron respectivamente superiores en un 29 %, 13 % y 26 % respecto de los tratamientos en los que se utilizaron 20 % de maltodextrina. Estos porcentajes fueron atribuidos a que al incorporar 20 % de maltodextrina al cultivo de microalga para llevar a cabo el secado por atomización, este material de pared tuvo un efecto diluyente en el contenido de carotenoides totales; puesto que si se compara con la gelatina ésta fue incorporada en un 2 % en el medio de cultivo. Por lo tanto, los resultados se interpretaron que tanto la maltodextrina como la gelatina tuvieron aproximadamente el mismo efecto de protección en los carotenoides totales.

Se mencionó en la metodología que también se realizó el secado por atomización de la biomasa microalgal sin utilizar material de pared. Sin embargo, el proceso presentó muchas dificultades ya que la biomasa deshidratada se pegó tanto en el cilindro de pulverización como en el ciclón de separación. Únicamente a 150 °C y 9 mL/min se obtuvo escasa cantidad de biomasa deshidratada en el vaso de recolección, en los demás tratamientos en los que no se utilizó material de pared la biomasa deshidratada recolectada fue despreciable. En estas condiciones el contenido de carotenoides totales fue $49,48 \pm 1,97$ mg β -caroteno/gms y la humedad $26,85 \pm 2,15$ g/100 g. Si bien el contenido de carotenoides totales fue superior a los obtenidos con maltodextrina y gelatina se considera que es inviable la deshidratación sin la incorporación de material de pared por las dificultades tecnológicas y por el elevado contenido de humedad del producto obtenido.

Fenoles totales

Con referencia al estudio de fenoles totales las matrices de encapsulación fueron afectadas por la temperatura de entrada y por el caudal de la bomba, observándose diferencias significativas en las medias de estos componentes para todos los tratamientos estudiados.

Cuando se utilizó maltodextrina el rango de variación fue entre 7,23 y 16,87 mg EAG/gms. Estos componentes bioactivos a las dos temperaturas estudiadas se conservaron mejor cuando el caudal de alimentación fue 6 mL/min; mientras que, al igual para carotenoides totales, para un mismo caudal el contenido de fenoles

totales fue superior a la temperatura de 130 °C (Tabla 2). Por lo tanto el mejor tratamiento fue M-130°C-6, con una concentración de fenoles totales de $16,87 \pm 0,85$ mg EAG/gms. La biomasa deshidratada tuvo un contenido de humedad de $6,85 \pm 0,43$ g/100 g.

Los fenoles totales variaron entre 0,88 y 8,13 mg EAG/gms cuando el material de pared fue gelatina. Estos componentes también se conservaron mejor a 130 °C. Sin embargo, el efecto del caudal de la bomba no fue el mismo para las temperaturas estudiadas; puesto que a 150 °C la mayor retención de fenoles totales se logró para un caudal de 9 mL/min y a 130 °C, para un caudal de 6 mL/min. El tratamiento con gelatina con el que se obtuvo mayor concentración de compuestos fenólicos fue G-130 °C -6, logrando $8,13 \pm 0,84$ mg EAG/gms. El contenido de humedad de la biomasa deshidratada fue elevado, alcanzando el valor de $17,43 \pm 0,80$ g/100 g. Este contenido de humedad fue 2,5 veces superior al tratamiento con maltodextrina M-130°C-6 que posibilitó obtener la concentración más alta de fenoles totales en la biomasa microalgal deshidratada.

Si se comparan los materiales de pared para las mismas condiciones de temperatura y caudal, con 20 % de maltodextrina se consiguió mayor protección de los compuestos fenólicos que con 2 % de gelatina. Con este último material de pared, en el tratamiento G-150 °C -6 se logró conservar solo un 6% de los fenoles totales que se conservaron en M-150 °C -6, en G-150 °C -9 se conservaron 47 % de los fenoles logrados en M-150 °C -9, en G-130 °C -6, el 48 % respecto de M-130 °C -6 y en G-130 °C -9, el 31 % respecto de M-130 °C -9. Es decir, que aun incorporando una proporción de maltodextrina superior a la de gelatina, el contenido de fenoles totales fue superior; por lo que en este caso se interpretó que la maltodextrina tuvo un efecto protector superior al de la gelatina sobre los compuestos fenólicos presentes en la biomasa de *Scenedesmus obliquus*.

En el secado por atomización de la biomasa microalgal sin material de pared llevado a cabo a 150 °C y 9 mL/min la concentración de fenoles totales fue $3,06 \pm 0,17$ mg EAG/gms, valor casi 6 veces más bajo que la concentración más alta de fenoles totales, alcanzada con el tratamiento M-130 °C-6; lo que confirma que la maltodextrina ejerció un efecto protector sobre estos componentes bioactivos. De lo expuesto se puede señalar que en la concentración de compuestos fenólicos influyeron los 3 factores estudiados: el material de pared, el caudal de alimentación de la bomba y la temperatura del aire de secado. Estos resultados no

son coincidentes con los obtenidos por Bonilla-Ahumada et al. (2018), quienes al estudiar la influencia del proceso de secado por aspersión de la microalga *Tetraselmis chuii* concluyeron que las variaciones de temperatura durante la microencapsulación no mostraron ningún efecto sobre la cantidad de compuestos fenólicos medidos como equivalente de ácido gálico.

Minerales

Se mencionó anteriormente que en los tratamientos donde no se utilizó material de pared el secado no fue posible, salvo para el tratamiento de temperatura de aire de ingreso al secadero de 150 °C y caudal de la bomba de 9 mL/min. En estas condiciones el contenido mineral fue superior al de los tratamientos en los que se utilizó material de pared (Tabla 3). Sin embargo, sin material de pared la cantidad de microalga deshidratada obtenida fue escasa ya que todo el polvo quedó adherido a las paredes del secadero. Adicionalmente, es importante señalar que los minerales pueden experimentar reacciones durante el almacenamiento que comprometen su biodisponibilidad (antiminerales o quelantes) y la estabilidad de los alimentos que los contienen. La encapsulación, mediante secado por aspersión, para desarrollar formulaciones en polvo pueden incrementar la vida útil de sales minerales durante el almacenamiento (Cardona-Tangarife et al., 2012).

Tabla 3. Contenido mineral en biomasa de microalga *Scenedesmus obliquus* deshidratada por atomización.

Tratamiento	Sodio mg/g _{ms}	Potasio mg/g _{ms}	Calcio mg/g _{ms}
M-130°C-6	11,52±0,27 ^a	5,53±0,03 ^a	0,71±0,06 ^a
M-130°C-9	11,16±0,13 ^a	5,27±0,01 ^a	0,59±0,01 ^b
M-150°C-6	11,90±0,03 ^a	5,82±0,02 ^a	0,80±0,01 ^a
M-150°C-9	11,63±0,10 ^a	5,45±0,03 ^a	0,42±0,04 ^c
G-130°C-6	45,39±0,71 ^b	12,04±0,11 ^b	3,31±0,11 ^d
G-130°C-9	45,32±0,64 ^b	12,09±0,08 ^b	3,14±0,02 ^d
G-150°C-6	45,99±0,27 ^b	12,45±0,10 ^b	3,30±0,09 ^d
G-150°C-9	47,81±0,26 ^c	11,92±0,05 ^c	3,11±0,05 ^d
150°C-6	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
150°C-9	12,89±0,09 ^d	9,65±0,09 ^d	2,33±0,01 ^e
130°C-6	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
130°C-9	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
Tratamiento	Magnesio mg/g _{ms}	Hierro mg/g _{ms}	Zinc ×10 ⁻³ mg/g _{ms}
M-130°C-6	0,42±0,01 ^a	0,12±0,01 ^a	3,16±0,11 ^{ab}
M-130°C-9	0,38±0,01 ^b	0,13±0,01 ^a	2,81±0,09 ^a
M-150°C-6	0,44±0,01 ^a	0,13±0,01 ^a	2,94±0,13 ^a
M-150°C-9	0,44±0,04 ^a	0,14±0,01 ^a	3,27±0,12 ^b
G-130°C-6	1,73±0,01 ^c	0,49±0,03 ^b	5,64±0,08 ^c
G-130°C-9	1,67±0,02 ^d	0,49±0,01 ^b	5,71±0,08 ^c
G-150°C-6	1,79±0,15 ^c	0,47±0,03 ^b	5,02±0,17 ^c
G-150°C-9	1,67±0,12 ^d	0,53±0,01 ^c	6,09±0,06 ^d
150°C-6	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
150°C-9	1,99±0,01 ^e	1,51±0,01 ^d	33,52±0,27 ^e
130°C-6	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		
130°C-9	Sin material de pared, en estas condiciones no fue posible el secado.		

Cuando se utilizó maltodextrina como material de pared el contenido mineral fue inferior que cuando se trabajó con gelatina, pero al igual que para carotenoides totales, esto fue atribuido al efecto diluyente de la maltodextrina al adicionarla en un 20 % en el cultivo microalgal. Adicionalmente, en términos generales se puede observar en la Tabla 3 que para un mismo material de pared el contenido de cada mineral fue sin diferencias significativas, o bien, hubo pequeñas variaciones; por lo que la temperatura del aire al ingreso del secadero y el caudal de alimentación de la bomba no fueron factores determinantes en el contenido mineral.

Los contenidos de sodio en las microalgas correspondientes a los tratamientos con maltodextrina, a la microalga secada por aspersión sin material de pared y a la microalga liofilizada fueron comparables. Sin embargo, en el secado por atomización con gelatina como material de pared este mineral fue 4 veces superior debido a la presencia en la gelatina de 4,6 mg de sodio /g.

Tomando como referencia la biomasa microalgal liofilizada en discos de 2 cm de diámetro y 5 mm de espesor, la retención de potasio en la biomasa deshidratada utilizando maltodextrina fue 57 %, de calcio, 21 %; magnesio, 22 %; hierro y 16 %; zinc. La retención de minerales con el material de pared gelatina fue 57 % de potasio, 100 % de calcio, 92 % de magnesio, 62 % de hierro y 14 % de zinc. El potasio en la biomasa encapsulada con gelatina fue 1,25 veces mayor que el material liofilizado, lo que fue atribuido a que la gelatina contiene 1 mg/g de este mineral.

4. Conclusiones

Las tecnologías de secado estudiadas para la deshidratación de cultivo de microalga *Scenedesmus obliquus* influyeron en el contenido de humedad, componentes bioactivos y minerales presentes en la microalga deshidratada. La concentración de los analitos de interés en la liofilización varió según el espesor de los discos de biomasa deshidratada, logrando la mayor retención de compuestos carotenoides y fenólicos para espesores de 5 mm; mientras que este último factor no influyó en el contenido mineral. Referido al secado por atomización influyeron los 3 factores experimentales estudiados: material de pared, temperatura de ingreso de aire al secadero y caudal de alimentación. El tratamiento que posibilitó obtener biomasa microalgal deshidratada de baja humedad y mayor concentración de componentes bioactivos fue con material de pared maltodextrina, temperatura de ingreso de aire de 130 °C y caudal de alimentación de 6 mL/min. En cuanto a los

minerales, la temperatura del aire y el caudal de alimentación de la bomba no fueron factores determinantes en la concentración. Sin embargo, influyó el material de pared. Cuando se utilizó gelatina se consiguió una mayor retención de los minerales. De lo expuesto se concluye que si bien con la tecnología de liofilización se alcanzaron mayores concentraciones de los componentes de interés, ambas metodologías pueden considerarse para la deshidratación de microalgas, ya que en términos generales la menor concentración alcanzada con el secado por atomización se debió al efecto diluyente que provoca la incorporación de maltodextrina en el cultivo microalgal.

5. Referencias

Bonilla-Ahumada, F.J.; Khandual S.; Lug-Cervantes E.C. (2018). *Microencapsulation of algal biomass (Tetraselmis chuii) by spray-drying using different encapsulation materials for better preservation of betacarotene and antioxidant compounds*, Algal Research, 36, 229-238.

Campelo P, Sanches E, De Barros-Fernandes R, Botrel D, Borges S. (2018). *Stability of lime essential oil microparticles produced with protein-carbohydrate blends*. Food Research International, 105: 936-944.

Cardona-Tangarife D.P.; Patiño-Arias L.P.; Ormaza-Zapata. (2021). *Aspectos tecnológicos de la microencapsulación de compuestos bioactivos en alimentos mediante secado por aspersión*, Ciencia y Tecnología Agropecuaria, 22(1): 1-21.

Copia J., Gaete H., Zúñiga G., Hidalgo M., Cabrera E. (2012). *Efecto de la radiación ultravioleta B en la producción de polifenoles en la microalga marina Chlorella sp.*, Latin American Journal of Aquatic Research, 40(1): 113-123.

Cortés-Rojas D.; Fernandes C., Oliveira W. (2015). *Optimization of spray drying conditions for production of Bidens pilosa L. dried extract*. Chemical Engineering Research and Design, 93, 366-376.

Costa B.R.; Rodriguez M.C.K.; Rocha S.F., Pohndorf R.S.; Larrosa A.P.Q.; Pinto L.A.A. (2016). *Optimization of Spirulina sp. Drying in Heat Pump: Effects on the Physicochemical Properties and Color Parameter*, J. Food Process. Preserv. 40: 934-942.

Dammak, M.; Hadrich, B.; Barkallah, M.; Hentati, F.; Ben Hlima, H.; Pichon, C.; Denis, M.; Fendri,

I.; Michaud, P.; Abdelkafi, S. (2018). *Modelling Tetraselmis sp. growth-kinetics and optimizing bioactive-compound production through environmental conditions*, Bioresour Technol 249, 510-518.

De Marchin T, Erpicum M, Franck F. (2015). *Photosynthesis of Scenedesmus obliquus in outdoor open thin-layer cascade system in high and low CO₂ in Belgium*. Journal of Biotechnology, 215: 2–12

Desai K.G.H.; Park H.J. (2005). *Recent developments in microencapsulation of food ingredients*, Drying Technology 23, 1361–1394.

Jimenez-Veuthey, M.; Vidal, N.M.; Cabrera, C.; Paramo, J.; Bertoni, M.; Bordet H.F.; Andrade-Belgeri, M.S.; Flores, M.L.; Zapata, L.M. (2018). *A simple, efficient and economical method for isolation of Scenedesmus obliquus (Chlorophyceae) from freshwater sample (Embalse Salto Grande, Argentina)*. Asian Journal of Microbiology, Biotechnology & Environmental Sciences 20, 6-12.

Lira, G.M.; López, A.M.Q.; Firmino, G.O.; Santos, S.D.; Bezerra, R.D.S. (2017). *Total carotenoids and antioxidant activity of fillets and shells (in natura or cooked) of “Vila Franca” shrimp (Litopenaeus Schmitti) in different intervals of storage under freezing*, Ciência e Agrotecnologia 41, 94-103.

Normas APHA- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 3111.

Plaza del Moral M. (2010). *Búsqueda de nuevos ingredientes funcionales naturales procedentes de algas*. Tesis doctoral. Universidad Autónoma de Madrid.

Quevedo, C.; Morales, S. P.; Acosta, A. (2008). *Crecimiento de Scenedesmus sp en diferentes medios de cultivo para la producción de proteína microalgal*, Vitae 15(1), 25-31.

Sagar V.R., Suresh-Kumar P. (2010). *Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review*. J Food Sci Technol, 47(1): 15–26.

Silva N.C.; Machado M.V.C.; Brandão R.J.; Duarte C.R.; Barrozo M.A.S. (2019). *Dehydration of microalgae Spirulina platensis in a rotary drum with inert bed*, Powder Technology, 351: 78-185.

Tramontin DP, Gressler PD, Rörig LR, Derner RB, Pereira-Filho J, Radetski CM, Quadri MB. (2018).

Growth modeling of the green microalga Scenedesmus obliquus in a hybrid photobioreactor as a practical tool to understand both physical and biochemical phenomena in play during algae cultivation. Biotechnology and Bioengineering, 115(4): 965–977.

Zia M.P., Alibas I. (2021). *Influence of the drying methods on color, vitamin C, anthocyanin, phenolic compounds, antioxidant activity, and in vitro bioaccessibility of blueberry fruits. Food Bioscience, 42.*