

Optimización del proceso de encapsulación asistido por electropulverización de una mezcla de uchuva y gulupa en hidrogeles de alginato

Optimization of the electrospray-assisted encapsulation of goldenberry and purple passion fruit blend in alginate hydrogels

Ana María Naranjo-Durán^{1*}; Valeria Ángel-Cardona¹; Julián Quintero-Quiroz²; Gelmy Luz Ciro-Gómez¹

¹ Grupo de Toxicología, Alimentos y Alternativas Terapéuticas, Facultad de Ciencias Farmacéuticas y Alimentarias, Universidad de Antioquia (UdeA), Calle 67 No. 53-108, Medellín, Colombia.

² Facultad de Ciencias de la Nutrición y los Alimentos, Universidad CES, Calle 10 A No. 22-04, Medellín, Colombia.

*Correo-e: amaria.naranjo@udea.edu.co

Recibido: 29/ago/2025 Aceptado: 26/nov/2025 // <https://doi.org/10.32870/rayca.vi0.118>

ID 1er. Autor: Ana María Naranjo-Durán / ORCID: 0000-0002-1879-5724

ID 1er. Coautor: Valeria Ángel-Cardona / ORCID: 0009-0001-6905-3130

ID 2do. Coautor: Julián Quintero-Quiroz / ORCID: 0000-0001-8603-6618

ID 3er. Coautor: Gelmy Luz Ciro-Gómez / ORCID: 0000-0001-6908-0799

Resumen

Los compuestos polifenólicos (CP) presentes en frutas son reconocidos por su capacidad antioxidante y por contribuir a la prevención de enfermedades no transmisibles. Sin embargo, su efectividad depende de la bioaccesibilidad en el organismo. Una estrategia para mejorarla es la encapsulación mediante gelación iónica, técnica que, pese a sus ventajas, suele generar partículas de gran tamaño bajo condiciones convencionales. En este estudio se optimizó la gelación iónica asistida por electrospray para reducir el tamaño de partícula (TP) y favorecer la bioaccesibilidad de los CP a partir de una mezcla de uchuva y gulupa. Se empleó un diseño compuesto central con metodología de superficie de respuesta, evaluando los efectos de la tasa de flujo, la altura de la aguja y el voltaje sobre TP, esfericidad (E), relación de aspecto (RA) y rendimiento del proceso (RP). Los resultados indicaron que un mayor nivel de altura de la aguja redujo el TP, mientras que una menor tasa de flujo incrementó el RP. Las condiciones óptimas (flujo: 4,33 mL/min; altura: 11,59 cm; voltaje: 12,56 kV) permitieron obtener partículas de $929,51 \pm 374,48 \mu\text{m}$, con mejoras en E y RA. La bioaccesibilidad de los CP se incrementó de $3,95 \pm 0,88 \%$ en la mezcla libre a $48,42 \pm 3,22 \%$ en su forma encapsulada, es decir, un aumento de 12 veces. Estos hallazgos confirman el potencial de esta técnica en aplicaciones alimentarias orientadas a la liberación de compuestos bioactivos.

Palabras clave: compuestos polifenólicos, bioaccesibilidad, gelación iónica, electrospray.

Abstract

Polyphenolic compounds (PC) present in fruits are widely recognized for their antioxidant capacity and their role in the prevention of non-communicable diseases. However, their effectiveness depends on bioaccessibility within the human body. Encapsulation by ionic gelation has emerged as a promising strategy to enhance this property, although conventional conditions often result in large particle sizes (PS). This study aimed to optimize ionic gelation assisted by electrospray to reduce PS and improve the bioaccessibility of PCs from a mixture of *Physalis peruviana* (cape gooseberry) and *Passiflora edulis* (purple passion fruit). A central composite design combined with response surface methodology was applied to evaluate the effects of flow rate, needle height, and voltage on PS, sphericity (S), aspect ratio (AR), and process yield (PY). Results showed that increasing needle height decreased PS, whereas lowering flow rate improved PY. Optimal conditions (flow rate: 4,33 mL/min; needle height: 11,59 cm; voltage: 12,56 kV) produced particles with a size of $929,51 \pm 374,48 \mu\text{m}$, alongside improvements in S and AR. Bioaccessibility of PCs increased markedly, from $3,95 \pm 0,88 \%$ in the free fruit mixture to $48,42 \pm 3,22 \%$ in the encapsulated form, representing a 12-fold enhancement. These findings demonstrate the potential of electrospray-assisted ionic gelation in food applications aimed at improving the delivery of bioactive compounds such as polyphenols.

Keywords: Polyphenolic compounds, bioaccessibility, ionic gelation, electrospray.

Introducción

Los patrones dietéticos saludables, como el consumo adecuado de alimentos ricos en antioxidantes como las frutas y otros alimentos derivados de plantas, ayudan a prevenir las enfermedades crónicas no transmisibles (ENT), que representan la principal causa de muerte a nivel mundial (World Health Organization, 2020; Grosso et al., 2017). Este problema global ha generado un creciente interés en el consumo de alimentos nutritivos. Frutas exóticas colombianas como la uchuva (*Physalis peruviana* L.) y la gulupa (*Passiflora edulis f. edulis* Sims) son frutas ricas en compuestos biotivos (CB), tales como vitaminas (vitamina C y vitamina E), compuestos fenólicos (CF) y carotenoides (Naranjo-Durán et al., 2023).

Los compuestos fenólicos (CF) tienen una amplia gama de actividades biológicas demostradas (antioxidante, antiinflamatoria, antialérgica, antiviral, anticancerígena, antimicrobiana, antimutagénica y cardioprotectora, etc.); sin embargo, la investigación se ha centrado principalmente en identificar el perfil de los compuestos y sus actividades biológicas. Más recientemente, se ha avanzado hacia la comprensión de los mecanismos mediante los cuales estos compuestos son metabolizados y se vuelven biodisponibles en el organismo humano (Grgić et al., 2020).

La biodisponibilidad incluye la bioaccesibilidad y la bioactividad, pero la bioaccesibilidad es el factor clave del cual depende la bioactividad de los CB en diferentes formulaciones de alimentos funcionales; es decir, la bioactividad de los CB determinada bajo condiciones *in vitro* puede diferir significativamente de la bioactividad determinada bajo condiciones *in vivo*. Esta diferencia se atribuye a la baja estabilidad de los CB en el tracto gastrointestinal, a la interacción con otros nutrientes o con los principales factores necesarios para el proceso digestivo (pH,

enzimas digestivas, microbiota intestinal, sales biliares, etc.) y a la dificultad de absorción a través de membranas, razón por la cual, para que los CB presenten actividad biológica, deben ser bioaccesibles (Grgić et al., 2020; González et al., 2015).

Las perlas de hidrogel representan una solución al desafío de mejorar la bioaccesibilidad de los CB, ya que pueden protegerlos mediante una membrana fuerte y semipermeable (Agarwal et al., 2015). Se ha demostrado que pueden superar las incompatibilidades de solubilidad entre ingredientes, proteger ingredientes sensibles a la degradación y aumentar su biodisponibilidad (Massounga Bora et al., 2018).

Las perlas de hidrogel de alginato son ampliamente utilizadas para la inmovilización celular, la liberación de fármacos y enzimas en diferentes campos biomédicos y biotecnológicos, incluyendo la ingeniería de tejidos, la formulación de alimentos probióticos, la fermentación, la biorremediación y las aplicaciones agrícolas. Su amplio espectro de aplicación puede atribuirse a la simplicidad del proceso, bajo costo y buena estabilidad mecánica (Partovinia & Vatankhah, 2019); así como a su alta biocompatibilidad y baja toxicidad (Nikoo et al., 2018).

Los alginatos son un grupo de polisacáridos aniónicos de origen natural extraídos de algas pardas. Son polímeros lineales compuestos por cadenas de ácido β -D-manurónico (M) y ácido α -L-gulurónico (G) unidos por enlaces 1,4, organizados en patrones de bloques homogéneos (poli-G, poli-M) o heterogéneos (MG).

Las perlas de alginato de calcio presentan varias ventajas en cuanto a la protección de compuestos bioactivos en el sistema gastrointestinal, evitando la degradación de compuestos en la fase gástrica y liberándolos en

mayor proporción durante la fase intestinal. Estas perlas pueden obtenerse mediante gelificación iónica, una tecnología emergente para la incorporación de agentes activos en perlas poliméricas. Algunas ventajas de esta técnica son: perlas con interior acuoso, distribución uniforme; además, no requiere el uso de altas temperaturas ni de solventes orgánicos, que pueden afectar la estabilidad de los nutrientes y limitar su aplicación en alimentos debido a la toxicidad asociada con trazas residuales de solventes (Grgić et al., 2020). Sin embargo, el tamaño de partícula de estas perlas es demasiado grande para algunas aplicaciones, alcanzando incluso 2 o 3 mm de diámetro. Aunque, un menor tamaño de partícula incrementa el área superficial, mejorando la transferencia de masa a través de la partícula y el medio. La atomización por electro spray es un método de atomización de una solución líquida mediante la aplicación de un campo eléctrico.

En este proceso, las fuerzas electrostáticas se utilizan para superar la viscosidad y la tensión superficial de la solución polimérica (Alkhatib et al., 2020). Esta solución se extruye a través de una boquilla capilar y sufre una deformación cónica, conocida como el cono de Taylor. Esta deformación, causada por repulsiones electrostáticas internas y fuerzas de atracción de Coulomb externas, genera un chorro con alta densidad de carga. Finalmente, este chorro se fragmenta en perlas cargadas en un rango de tamaños desde milímetros hasta micrómetros (Nikoo et al., 2018a). En el caso de la gelificación iónica, las perlas compuestas por una solución polimérica y el compuesto de interés, caen en la solución gelificante donde ocurre el proceso de gelificación, formando así perlas de hidrogel (Nikoo et al., 2018a).

Nikoo et al. (2018) desarrollaron micropérlas de alginato de calcio mediante electro spray y lograron reducir el tamaño de partícula de 2740 ± 115 a $765,29 \pm 14,53 \mu\text{m}$.

Por lo tanto, el objetivo de este trabajo fue desarrollar un ingrediente, mejorando la bioaccesibilidad de los compuestos bioactivos de una mezcla de uchuva y gulupa, mediante un proceso optimizado para obtener partículas de hidrogel a través de gelificación iónica con atomización por electro spray.

Materiales y métodos

Materiales

Se eligieron frutas exóticas colombianas de acuerdo con las normas técnicas colombianas para frutas frescas: NTC 4580 (ICONTEC, 2020) para uchuva y NTC 6456 (ICONTEC, 2020) para la gulupa. Para este estudio, se adquirieron frutas de categoría dos en los mercados de alimentos de Rionegro y La Ceja, Antioquia. Se emplearon los siguientes reactivos: alginato de sodio, KCl, KH_2PO_4 , NaHCO_3 , NaCl, $\text{MgCl}_2(\text{H}_2\text{O})_6$, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, HCl, $\text{CaCl}_2(\text{H}_2\text{O})_2$, reactivo de Folin-Ciocalteu, ácido gálico, α -amilasa de origen porcino, pepsina de páncreas porcino y pancreatina de páncreas porcino (todos adquiridos en Sigma Aldrich).

Obtención de mezcla de frutas

Las frutas, después de ser escaldadas, fueron procesadas en un extractor de prensado en frío operando a 60 rpm a temperatura ambiente. Al bagazo de granadilla morada se le adicionó agua a 60 °C en una proporción 1:5 para realizar una segunda extracción. De manera similar, para la uchuva, al residuo se le añadió agua a 60 °C (proporción 1:5) y la extracción fue asistida por ultrasonido, de acuerdo con la metodología descrita por Naranjo Durán et al., 2023 (Naranjo-Durán et al., 2023a); posteriormente, ambas fases extraídas se mezclaron. La mezcla de estas frutas estuvo compuesta por un 83 % de uchuva y un 17 % de granadilla morada, y fue utilizada en este estudio.

Contenido de polifenoles totales

El contenido total de polifenoles de la mezcla y de las perlas fue determinado mediante espectrofotometría, siguiendo a Nunes et al. (2018) con ligeras modificaciones. En resumen, se mezclaron 30 μL de la muestra, 150 μL de reactivo de Folin-Ciocalteu 0,2N (1:10) y 120 μL de Na_2CO_3 (7,5 %). La mezcla se incubó a 45 °C durante 15 min en la oscuridad, seguida de 30 minutos adicionales a temperatura ambiente. Finalmente, la absorbancia se midió a 765 nm en un espectro-fotómetro UV-Vis Multiskan (Thermo Scientific). El contenido de polifenoles totales fue cuantificado utilizando una curva estándar de ácido gálico (0–110 $\mu\text{M/mL}$). Todas las mediciones se realizaron por quintuplicado.

Optimización del proceso de encapsulación asistido por electro spray

Equipo prototipo de gelificación iónica asistida por electro spray

Se empleó un equipo prototipo de gelificación iónica asistida por electro spray (Figura 1), construido con una fuente de alto voltaje (0–30,000 V), una placa de agitación, una bomba peristáltica (Velp SP 311/2) y una cabina acrílica con regla de medición, para controlar el voltaje, la agitación, el flujo y la altura entre la aguja y la solución gelificante, respectivamente. La fuente de alto voltaje se conectó a dos polos: una aguja calibre 12 alimentada por la solución encapsulante (alginato de sodio y colorante naranja) a través de la bomba peristáltica, y una solución gelificante de cloruro de calcio (CaCl_2) al 0,03 % (Naranjo-Durán et al., 2021); generando un campo eléctrico que fragmentó las gotas en otras más pequeñas, las cuales, al entrar en contacto con la solución gelificante, iniciaron la formación del hidrogel de alginato de calcio.

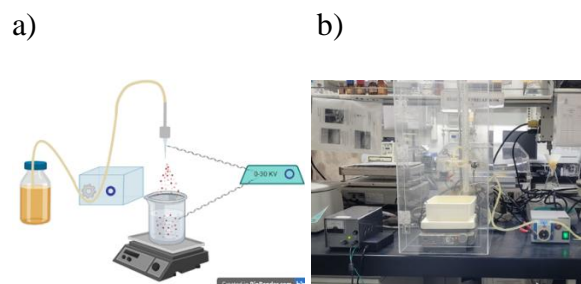


Figure 1. Prototipo de electro spray

(a) esquema
(b) fotografía real

Fuente: Elaboración propia (2025)

Diseño de experimentos

Se llevó a cabo un diseño experimental de superficie de respuesta para optimizar la gelificación iónica mediante atomización por electro spray, con el fin de evaluar el efecto de los factores: voltaje (10–25 kV), flujo (11,08–27,2 mL/min) y altura (15–25 cm); sobre las variables de respuesta: rendimiento del proceso (RP) (%), tamaño de partícula (TP) (μm), esfericidad (E) y relación de aspecto (RA). Todas las corridas experimentales se muestran en el cuadro 1.

El RP se determinó por gravimetría con la Ecuación (1), empleando el software libre Image J®, y se calcularon con las Ecuaciones (2), (3) y (4), respectivamente.

$$PY = \frac{m_f - (m_f * \text{Humedad}(\%))}{m_i} * 100 \quad (\text{Ec.1})$$

$$PS = 2 * \sqrt{\text{area}} * \pi \quad (\text{Ec.2})$$

$$S = \frac{4 * \text{area}}{\pi * \text{feret}^2} \quad (\text{Ec.3})$$

$$AR = \frac{\text{Ancho}}{\text{largo}} \quad (\text{Ec.4})$$

Bioaccesibilidad de compuestos polifenólicos de la mezcla de frutas en perlas de hidrogel

Las perlas de hidrogel de alginato de calcio se prepararon con la mezcla de frutas al 2,5 % de sólidos (p/v), utilizando los parámetros opti-

mizados en el experimento previo. La bioaccesibilidad de los compuestos polifenólicos (CF) se cuantificó mediante la liberación gastrointestinal simulada in vitro, de acuerdo con la metodología INFOGEST (Brodkorb et al., 2019):

- Fase oral: se mezclaron 5 g de perlas de hidrogel, 4 mL de fluido salival simulado (SSF), 0,5 mL de α -amilasa de páncreas porcino, 25 μ L de CaCl_2 (0,3 M) y 475 μ L de agua, para completar un volumen total de 10 mL. Esta fase se incubó a 185 rpm durante 2 min a 37 °C.

- Fase gástrica: posteriormente, se adicionaron 8 mL de fluido gástrico simulado (SGF), 5 μ L de CaCl_2 (0,3 M), 0,5 mL de pepsina de páncreas porcino, 0,1 mL de HCl para ajustar el pH a 3 y, finalmente, 1395 μ L de agua, alcanzando un volumen total de 20 mL. Esta fase se incubó a 13 rpm durante 2 h a 37 °C.

- Fase intestinal: finalmente se incorporaron 8,5 mL de fluido intestinal simulado (SIF), 40 μ L de CaCl_2 (0,3 M), 0,2 mL de NaOH para ajustar el pH a 7,5 mL de pancreatina de páncreas porcino, 2,5 mL de sales biliares y 3,76 mL de agua, para completar un volumen final de 40 mL. Esta fase se incubó a 45 rpm durante 2 h a 37 °C.

Posteriormente, las muestras se centrifugaron dos veces a 5000 rpm, y la fracción bioaccesible (sobrenadante) se congeló para detener la actividad enzimática antes de su análisis. El contenido de ácido gálico fue cuantificado utilizando la metodología descrita anteriormente, y la bioaccesibilidad se calculó con la Ecuación (5), de acuerdo con Fredes et al., (2018).

(Ec. 5):

$$(\%) \text{Bioaccesibilidad} = \frac{\text{mg AG Fraccion no accesible}}{\text{mg AG en las perlas de hidrogel}} * 100$$

Cuadro 1. Diseño experimental de superficie de respuesta para la optimización del proceso de gelificación iónica mediante atomización por electrospray

Corrida	Velocidad de flujo (mL/min)	Altura(cm)	Voltaje (kV)	Corrida	Velocidad de flujo (mL/min)	Altura(cm)	Voltaje (kV)
1	18,7	20,0	17,5	24	18,7	20	17,5
2	27,2	15,0	25,0	25	27,2	15	25,0
3	18,7	20,0	17,5	26	18,7	20	17,5
4	11,1	15,0	25,0	27	11,1	15	25,0
5	27,2	15,0	10,0	28	27,2	15	10,0
6	4,3	20,0	17,5	29	4,3	20	17,5
7	11,1	15,0	10,0	30	11,1	15	10,0
8	11,1	25,0	25,0	31	11,1	25	25,0
9	18,7	20,0	17,5	32	18,7	20	17,5
10	18,7	20,0	17,5	33	18,7	20	17,5
11	18,7	20,0	17,5	34	18,7	20	17,5
12	32,4	20,0	17,5	35	32,4	20	17,5
13	18,7	20,0	17,5	36	18,7	20	17,5
14	18,7	28,4	17,5	37	18,7	28,4	17,5
15	18,7	11,5	17,5	38	18,7	11,6	17,5
16	18,7	20,0	30,1	39	18,7	20	30,1
17	11,1	25,0	10,0	40	11,1	25	10,0
18	18,7	20,0	17,5	41	18,7	20	17,5
19	18,7	20,0	17,5	42	18,7	20	17,5
20	27,2	25,0	25,0	43	27,2	25	25,0
21	18,7	20,0	4,9	44	18,7	20	4,9
22	27,2	25,0	10,0	45	27,2	25	10,0
23	18,7	20,0	17,5	46	18,7	20	17,5

Fuente: elaboración propia (2025)

Resultados y discusión

Optimización de la gelificación iónica asistida por electrospray

El cuadro 2 muestra el ANOVA para los resultados del DOE respecto al caudal y la altura; los valores *p* de 0,0000 y 0,0001 respectivamente indican que estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre el PS, este comportamiento puede observarse en la figura 2a: a menor caudal y menor altura el PS disminuye, sin embargo, el voltaje y su interacción con otros factores, excepto con la altura, no tiene efecto estadísticamente significativo sobre el PS; de igual manera, algunos autores como Partovinia & Vatankhah, 2019 (Partovinia & Vatankhah, 2019). También reportan que la altura tiene un efecto significativo sobre el PS, y el caudal y el voltaje sobre la S en un proceso de gelificación iónica asistida por electrospray.

Cuadro 2. Diseño experimental de respuesta superficial ANOVA para la optimización del proceso de gelificación iónica asistida por electrospray

	PS	S	PY	AR
	<i>p- value</i>			
Velocidad de flujo (A)	0,0000	0,0168	0,0225	0,0046
Altura (B)	0,0001	0,2503	0,0022	0,0245
Voltaje (C)	0,8607	0,0251	0,0001	0,0250
AA	0,0001	0,0024	0,0139	0,0007
AB	0,0006	0,0594	0,0166	0,0002
AC	0,4969	0,0198	0,0320	0,0014
BB	0,3331	0,0006	0,0041	0,0001
BC	0,0284	0,1545	0,0000	0,0005
CC	0,1928	0,0001	0,2179	0,3059
Carencia de ajuste	0,4185	0,4043	0,6516	0,1171
r²	82,31%	74,36%	86,10%	90,52%
r²-ajustado	74,94%	62,70%	79,48%	84,20%

Fuente: Elaboración propia (2025)

De acuerdo a estos resultados, en este trabajo también se encontró que sobre la S solo el caudal y el voltaje (valores *p* de 0,0168 y 0,0251 respectivamente) tienen un efecto

estadísticamente significativo, con valores máximos de S para el mayor caudal y el voltaje más bajo (figura 2b). En contraste, Alkhatib et al. (2020) encontraron que el PS fue significativamente afectado por el voltaje aplicado durante la extrusión ($p < 0,05$) y la interacción caudal-voltaje muestra que el PS no cambia con un voltaje de 0 kV; cuando el caudal aumentó de 0,1 mL/min a 0,8 mL/min, el PS se mantuvo en $1,4 \pm 0$ mm y $1,41 \pm 0,02$ mm respectivamente, mientras que el PS aumentó significativamente de $0,67 \pm 0$ mm a $0,86 \pm 0,04$ mm cuando se aplicó un voltaje de 6 kV.

Estas diferencias pueden deberse a que en el DOE realizado en este trabajo no se consideró el nivel 0 kV, y en el rango de trabajo de este factor no tiene un efecto estadísticamente significativo sobre el PS; además, encontraron que el PS aumentó de 1,35 mm a 15 cm de distancia a 1,41 mm a 25 cm de distancia ($p < 0,05$), y también aumentó de 1,31 a 1,46 mm al aumentar el caudal de 1 a 2 mL/min ($p < 0,05$). Sin embargo, la resistencia del gel de alginato aumenta con perlas esféricas comparadas con las no esféricas, por lo que la estabilidad mecánica y química de la matriz del alginato puede verse afectada por la S de la perla. Además, la posibilidad de rupturas y grietas, que resulta en fugas y pérdida de materiales encapsulados se puede evitar en perlas esféricas (Alkhatib et al., 2020).

Asimismo, Faramarzi et al. (2016), en experimentos realizados con una solución de ácido poliláctico-co-glicólico al 2 % (p/v), un caudal de 0,5 mL/h y voltajes de 11 y 14 kV, obtuvieron partículas más esféricas al comparlas con aquellas formadas a voltajes superiores, que dieron como resultado morfologías heterogéneas. Para alcanzar mayor uniformidad de partículas, los autores optaron por un voltaje de 11 kV, ya que observaron una disminución en la uniformidad de la forma al aumentar el voltaje y concluyeron que el voltaje aplicado influye significativa-

mente en la morfología, el diámetro medio y la uniformidad de las partículas.

El tamaño y la S de las perlas de hidrogel de alginato son factores cruciales para muchas aplicaciones; las partículas más pequeñas son más resistentes a fuerzas de cizalla y compresión y, como resultado, grandes espacios interfaciales sólido-líquido facilitan la transferencia de masa, mientras que la S de la perla puede afectar la estabilidad mecánica y química. Así, las partículas más esféricas reportan un mayor valor de resistencia del gel (Partovinia & Vatankhah, 2019).

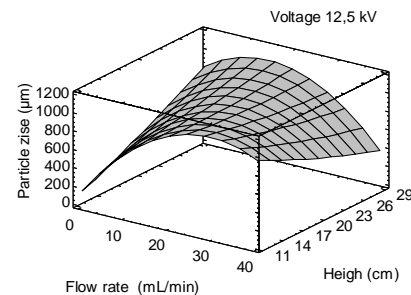
Para el PY, los tres factores evaluados y sus términos lineales y cuadráticos y sus interacciones, excepto para la forma cuadrática del voltaje, tienen un efecto significativo, con p-values < 0,05 (cuadro 2).

La figura de superficie de respuesta 2c muestra cómo el caudal y la altura pueden mejorar el PY cuando se usaron los valores mínimos para ambos factores. Finalmente, los tres factores y su interacción, excepto nuevamente para la forma cuadrática del voltaje, tienen un efecto significativo sobre el AR (p-values < 0,05); la figura 2d muestra cómo incrementa el AR cuando el caudal se incrementa y la altura disminuye.

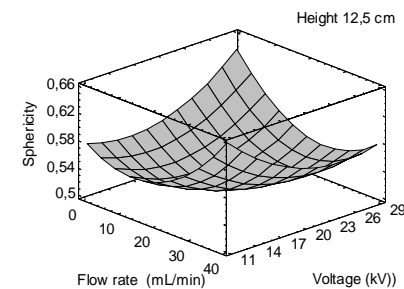
Con una deseabilidad del 87 %, las condiciones óptimas para el proceso de obtención de perlas de hidrogel de alginato de calcio son un caudal de 4,33 mL/min, una altura de 11,59 cm y un voltaje de 12,56 kV. El cuadro 3 muestra los valores predichos y experimentales obtenidos bajo estas condiciones óptimas. El gran error relativo de 56,87 % para TP puede deberse a la amplia distribución de PS encontrada en las corridas experimentales. Estos resultados son concordantes con los reportes de Zakeri et al. (2019) quienes hallaron que las condiciones óptimas para minimizar el radio de las perlas de alginato mediante electrospray fueron un caudal mínimo de 0,33

mL/min y voltaje de 9 kV para perlas con PS entre 290 y 300 μm . De igual manera, el trabajo realizado por Alkhatib et al. (2020) reportó que un voltaje de 4 kV y un caudal de 0,8 mL/min pueden producir perlas esféricas de alginato con un PS de 1100 μm .

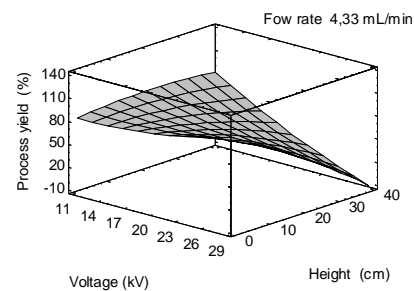
a)



b)



c)



d)

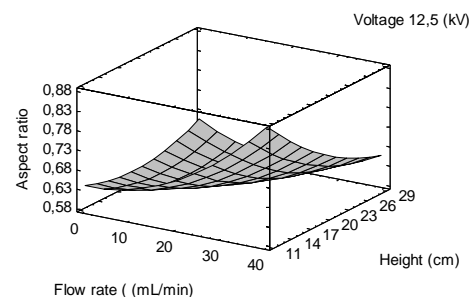


Figura 2. Response surface plots for (a) PS, b) process performance, c) S and d) AR.

Fuente: Elaboración propia (2025)

Cuadro 3. Valores óptimos predichos para las variables de respuesta del diseño experimental de superficie de respuesta para la optimización del proceso de gelificación iónica asistida por electrospray.

	Predicción	Experimental	Error relativo
PS (μm)	400,89	$929,51 \pm 374,48$	56,87 %
PY (%)	87,50	$89,59 \pm 2,25$	2,33 %
SP	0,55	$0,53 \pm 0,11$	3,77 %
AR	0,63	$0,65 \pm 0,16$	3,08 %

Fuente: Elaboración propia (2025)

Efecto de la altura, el voltaje y el caudal sobre la distribución de PS

Las figuras 3a y 3b muestran el efecto de la interacción de la altura y el voltaje sobre la distribución de PS para las perlas obtenidas a alturas de 11,5 cm con 17,5 kV y de 25 cm con 25 kV; la primera tiene una distribución más amplia en comparación con la segunda. Si la distancia entre la boquilla y el baño gelificante (altura) aumenta, el campo eléctrico disminuye causando que el PS aumente, además, incrementar el voltaje aplicado resulta en una disminución del promedio del PS, por lo tanto, según la distancia, el voltaje deberá ajustarse para que el campo eléctrico se mantenga en un nivel ideal (Morais et al., 2020); este comportamiento puede observarse en la figura 3a y, según el ANOVA, la interacción entre el voltaje y la altura tiene un impacto significativo en el PS ($p\text{-valor} = 0,0284$).

Mientras que la figura 3c muestra el efecto del voltaje sobre la distribución del PS de las perlas obtenidas a 4,9 kV y 20 cm; en esa figura puede observarse que con voltajes bajos (4,9 kV) la distribución del PS es más amplia que con voltajes altos (25 kV y 20 cm, figura 3b), donde la distribución del PS es más homogénea. Por otro lado, la figura 3d muestra el efecto del caudal sobre la distribución del PS para las perlas obtenidas con un caudal de 4,33 mL/min donde la distribución del PS es más homogénea que con caudales más altos

de 27,2 mL/min (figura 3e) donde la distribución del PS es mucho más amplia.

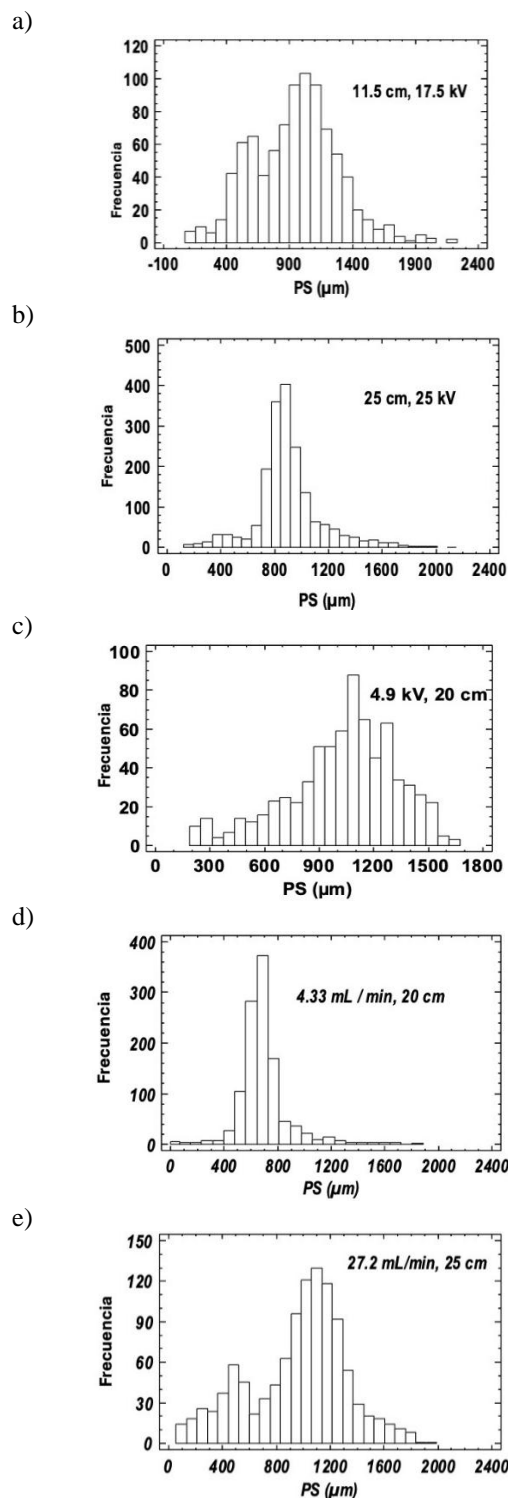


Figura 3. Efecto de a) y b) la altura en los histogramas de frecuencia de PS, c) y d) el voltaje en los histogramas de frecuencia de PS y e) el caudal en los histogramas de frecuencia de los PS.

Fuente: Elaboración propia (2025)

Joaquim et al. (2022) encontraron que con caudales de 0,3 y 0,45 mL/h se produjeron PS promedio de $2,671 \mu\text{m} \pm 0,256$ y $3,563 \mu\text{m} \pm 0,275$ respectivamente, mientras que caudales de 0,6, 0,8 y 1,0 mL/h produjeron partículas con mayor PS promedio y una distribución de tamaños mayor.

Correia et al. (2014) observó una correlación entre voltaje y tamaño de partícula, notando una disminución de tamaño conforme aumentaba el voltaje, y concluyó que tanto voltajes excesivamente altos como bajos resultan en inestabilidad del chorro y formación irregular de partículas, llevando a una distribución más amplia de tamaños. Los resultados discutidos complementan los resultados publicados previamente por nuestro grupo de investigación (Naranjo-Durán et al., 2023b).

Bioaccesibilidad de los compuestos polifenólicos de la mezcla de frutas en perlas de hidrogel

Las perlas de hidrogel de alginato de calcio cargadas con la mezcla de frutas al 2,5 % de sólidos lograron aumentar la bioaccesibilidad de polifenoles de $3,95 \pm 0,88$ % para la mezcla de frutas libre a $48,42 \pm 3,22$ % para las perlas de hidrogel (figura 4); estos resultados pueden atribuirse a las excelentes propiedades mucoadhesivas exhibidas por las perlas de alginato de calcio (Azad et al., 2020), y a un comportamiento dependiente del pH debido a su naturaleza aniónica y la presencia de grupos carboxilo cargados negativamente a $\text{pH} > 5$. El biopolímero se contrae en pH ácido y se hincha y absorbe agua cuando se expone a pH neutro o básico (Alkhatib et al., 2020; Agarwal et al., 2015), debido a estas características, las perlas de alginato de calcio pueden proteger los compuestos bioactivos en el sistema gastrointestinal, evitando la degradación de los compuestos en la fase gástrica y liberándolos en mayor proporción en la fase intestinal. De la misma manera, Martinović et

al. (2023) reportan que el uso de alginato de sodio incrementa la bioaccesibilidad total de los compuestos fenólicos en 2,4 y 4,5 veces comparado con orujo de uva rico en fenoles libres.

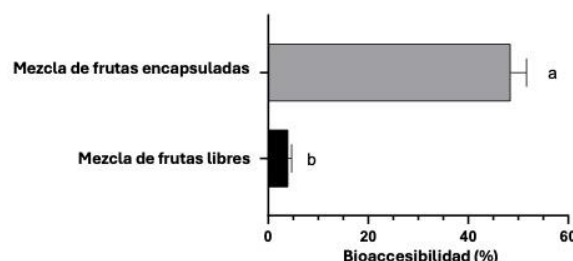


Figura 4. Bioaccesibilidad de los compuestos fenólicos de las perlas y de la mezcla de frutas libre.

Fuente: Elaboración propia (2025)

Conclusiones

En conclusión, los tres factores estudiados para la optimización de la gelificación iónica y los procesos de electrospray tienen un efecto estadísticamente significativo en las variables respuesta del diseño experimental, es decir, son condiciones críticas de operación para el proceso.

Con base en los resultados obtenidos, las condiciones óptimas para el prototipo de gelificación iónica asistida por electrospray son: una altura de 11,59 cm, un voltaje de 12,56 kV y un caudal de 4,33 mL/min; estas condiciones óptimas para la formación de perlas de hidrogel permiten obtener perlas más pequeñas y esféricas con un PY mayor.

Los resultados también revelaron que la bioaccesibilidad de los compuestos polifenólicos mejoró significativamente mediante la encapsulación, con un aumento de 12 veces observado en las cápsulas comparado con la forma libre; estos resultados sugieren que la gelificación iónica asistida por electrospray podría ser una técnica prometedora para mejorar la bioaccesibilidad de los compuestos fenólicos en diversas aplicaciones alimentarias.

Referencias

- Agarwal, T., Narayana, S. N. G. H., Pal, K., Pramanik, K., Giri, S., & Banerjee, I. (2015). Calcium alginate–carboxymethyl cellulose beads for colon-targeted drug delivery. *International Journal of Biological Macromolecules*, 75, 409–417. <https://doi.org/10.1016/j.IJBIOMAC.2014.12.052>
- Alkhatib, H., Mohamed, F., Akkawi, M. E., Alfatama, M., Chatterjee, B., & Doolaanea, A. A. (2020). Microencapsulation of black seed oil in alginate beads for stability and taste masking. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 60, 102030. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2020.102030>
- Azad, A. K., Al-Mahmood, S. M. A., Chatterjee, B., Wan Sulaiman, W. M. A., Elsayed, T. M., & Doolaanea, A. A. (2020). Encapsulation of black seed oil in alginate beads as a pH-sensitive carrier for intestine-targeted drug delivery: *In vitro*, *in vivo* and *ex vivo* study. *Pharmaceutics*, 12(3). <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics12030219>
- Brodkorb, A., Egger, L., Alminger, M., Alvito, P., Assunção, R., Ballance, S., Bohn, T., Recio, I. (2019). INFOGEST static *in vitro* simulation of gastrointestinal food digestion. *Nature Protocols*, 14(4), 991–1014. <https://doi.org/10.1038/s41596-018-0119-1>
- Correia, D. M., Gonçalves R., Ribeiro, C., Sencadas, V., Botelho, C., Gomez Ribelles, J. L., & Lanceros Méndez, S. (2014). Electrosprayed poly (vinylidene fluoride) microparticles for tissue engineering applications. *RSC Advances*, 4(62), 33013–33021. <https://doi.org/10.1039/c4ra04581e>
- Famarzi, A. R., Barzin, J., & Mobedi, H. (2016). Effect of solution and apparatus parameters on the morphology and size of electrosprayed PLGA microparticles. *Fibers and Polymers*, 17(11), 1806–1819. <https://doi.org/10.1007/s12221-016-6685-3>
- Fredes, C., Osorio, M. J., Parada, J., & Robert, P. (2018). Stability and bioaccessibility of anthocyanins from maqui (*Aristotelia chilensis* [Mol.] Stuntz) juice microparticles. *LWT – Food Science and Technology*, 91, 549–556. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.01.090>
- González, R. E., Tarón, A., & Morón, L. B. (2015). Formación de microcápsulas de tamaño controlado por gelación iónica utilizando mezclas biopoliméricas binarias. *Información Tecnológica*, 26(6), 31–38. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642015000600005>
- Grgić, J., Šelo, G., Planinić, M., Tišma, M., & Bucić-Kojić, A. (2020). Role of the encapsulation in bioavailability of phenolic compounds. *Antioxidants*, 9(10), 923. <https://doi.org/10.3390/antiox9100923>
- Grosso, G., Micek, A., Godos, J., Pajak, A., Sciacca, S., Galvano, F., & Giovannucci, E. L. (2017). Dietary flavonoid and lignan intake and mortality in prospective cohort studies: Systematic review and dose–response meta-analysis. *American Journal of Epidemiology*, 185(12), 1304–1316. <https://doi.org/10.1093/aje/kww207>
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación. (2020). *NTC 4580: Frutas frescas. Uchuva. Especificaciones*. ICONTEC.
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación. (2020). *NTC 6456: Frutas frescas. Gulupa. Especificaciones*. ICONTEC.
- Joaquim, A., Paul, O., Ibezim, M., Johnson, D., Falconer, A., Wu, Y., Williams, F., & Mu, R. (2022). Electrospray deposition of polyvinylidene fluoride (PVDF) microparticles: Impact of solvents and flow rate. *Polymers*, 14(13). <https://doi.org/10.3390/polym14132702>
- Martinović, J., Lukinac, J., Jukić, M., Ambrus, R., Planinić, M., Šelo, G., Klarić, A. M., Perković, G., & Bucić-Kojić, A. (2023). *In vitro* bioaccessibility assessment of phenolic compounds from encapsulated grape pomace extract by ionic gelation. *Molecules*, 28(13). <https://doi.org/10.3390/molecules28135285>
- Massounga Bora, A. F., Ma, S., Li, X., & Liu, L. (2018). Application of microencapsulation for the safe delivery of green tea polyphenols in food systems: Review and recent advances. *Food Research International*. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.11.047>
- Morais, A. Í. S., Vieira, E. G., Afewerki, S., Sousa, R. B., Honório, L. M. C., Cambrussi, A. N. C. O., Santos, J. A., Bezerra, R. D. S., Furtini, J. A. O., Silva-Filho, E. C., Webster, T. J., & Lobo, A. O. (2020). Fabrication of polymeric microparticles by electrospray: The impact of experimental parameters. *Journal of Functional Biomaterials*, 11(1). <https://doi.org/10.3390/jfb11010004>

- Naranjo-Durán, A. M., Quintero-Quiroz, J., Rojas-Camargo, J., & Ciro-Gómez, G. L. (2021). Modified-release of encapsulated bioactive compounds from annatto seeds produced by optimized ionic gelation techniques. *Scientific Reports*, 11(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-80119-1>
- Naranjo-Durán, A. M., Quintero-Quiroz, J., Ciro-Gómez, G. L., Barona-Acevedo, M.-J., De, J., & Contreras-Calderón, C. (2023). Characterization of the antioxidant activity, carotenoid profile by HPLC-MS of exotic Colombian fruits (goldenberry and purple passion fruit) and optimization of antioxidant activity of this fruit blend. *Heliyon*, 9, e17819. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e17819>
- Naranjo-Durán, A. M., Quintero-Quiroz, J., & Ciro-Gómez, G. L. (2023). Improving bioaccessibility of polyphenolic compounds in goldenberry–purple passion fruit blend through electrospray-assisted ionic gelation. En *37th EFFoST International Conference: Sustainable Food and Industry 4.0: Towards the 2030 Agenda* (p. 317). <https://www.effost.org/api/documents/downloadfile?fileid=1623823&forcedownload=False§ionid=141357>
- Nikoo, A. M., Kadkhodaei, R., Ghorani, B., Razzaq, H., & Tucker, N. (2018). Electrospray-assisted encapsulation of caffeine in alginate microhydrogels. *International Journal of Biological Macromolecules*, 116, 208–216. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.04.167>
- Nunes, M. A., Costa, A. S. G., Bessada, S., Santos, J., Puga, H., Alves, R. C., Freitas, V., & Oliveira, M. B. P. P. (2018). Olive pomace as a valuable source of bioactive compounds: A study regarding its lipid- and water-soluble components. *Science of the Total Environment*, 644, 229–236. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.06.350>
- Partovinia, A., & Vatankhah, E. (2019). Experimental investigation into size and sphericity of alginate microbeads produced by electrospraying technique: Operational condition optimization. *Carbohydrate Polymers*, 209, 389–399. <https://doi.org/10.1016/j.CARPOL.2019.01.019>
- World Health Organization. (2020). *Non-communicable diseases: Progress monitor 2020*. https://doi.org/10.5005/jp/books/11410_18
- Zakeri, M., Moghadam, H., Samimi, A., & Mohebbi-Kalhari, D. (2019). Optimization of calcium alginate beads production by electrospray using response surface methodology. *Materials Research Express*, 6(9). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab3377>