



# Empleo de un evaporador de película descendente agitada y su efecto sobre el perfil polifenólico de infusiones de salvilla (*Buddleja scordioides*)

Use of a thin falling film evaporator and its effect on the polyphenolic profile of salvilla (*Buddleja scordioides*) infusions

Jesús Omar Díaz-Rivas, Clarissa Esparza-Carrillo, José Alberto Gallegos-Infante\*, Nuria Elizabeth Rocha-Guzmán, Rubén Francisco González-Laredo, Martha Rocío Moreno-Jiménez

TecNM/Instituto Tecnológico de Durango, Blvd. Felipe Pescador 1830 Ote., Col. Nueva Vizcaya, 34080 Durango, Durango, México.

## RESUMEN

El consumo de infusiones ha mostrado un incremento, en los últimos años, entre ellas está la infusión de *Buddleja scordioides*, conocida como salvilla. Para responder al incremento en la demanda, es necesario facilitar su manejo, lo cual se logra mediante el empleo de concentrados, lo que involucra tratamiento térmico que puede degradar compuestos inestables al calor. El objetivo del presente trabajo fue evaluar el efecto del tratamiento de concentración de una infusión de salvilla sobre su perfil fitoquímico. Infusiones al 1% de salvilla (0.1° Brix) fueron concentradas en un evaporador de película descendente hasta 0.2 °Brix. Se evaluaron pH, °Brix, sólidos totales, color (L\*, a\*, b\*), fenoles y flavonoides totales, atrapamiento de radicales DPPH y composición química mediante UPLC-ESI-MS/MS. No se observaron diferencias de pH entre concentrados e infusiones. Se encontraron diferencias en cuanto a color, siendo menos luminoso el concentrado. Se detectó un incremento en el contenido fenólico de los concentrados, a la par de una disminución en flavonoides asociada a una posible degradación del galactósido hiperósido, esto observado mediante espectrometría de masas y relacionado con el incremento de acetina y quercetina y sus derivados en concentrados. Se observó una disminución en la capacidad de atrapamiento de radicales libres en concentrados, asociado con una posible actividad prooxidante.

**Palabras clave:** DPPH; infusiones concentradas; polifenoles; procesamiento térmico; salvilla

## ABSTRACT

The consumption of infusions has shown an increasing demand in recent years, among them the infusion of *Buddleja scordioides*, known as salvilla. To respond to this, it is necessary to facilitate beverage handling using concentrates, which involves heat treatments, which can thermally degrade unstable compounds. Therefore, the objective of this work was to evaluate the effect of a concentration treatment on salvilla infusions and its phytochemical profile. Infusions at 1% (0.1° Brix) were concentrated in a falling film evaporator up to 0.2 °Brix. We evaluated pH, °Brix, total solids, color (L\*, a\*, b\*), phenols and total flavonoids contents, scavenging capacity of DPPH radical, and the chemical composition by UPLC-ESI-MS/MS. There were no differences in pH between concentrates and infusions. Color differences were found, the

concentrates were less luminous, phenols content in concentrates increased, together with a decrease in flavonoids associated with a possible degradation of the galactoside hyperoside, observed by mass spectrometry and related to the increase in acetin and quercetin and its derivatives in concentrates. There was a decrease in the scavenging capacity of free radicals in concentrates associated with a possible pro-oxidant activity.

**Keywords:** Concentrated infusions, DPPH, polyphenols, thermal processing, salvilla

## INTRODUCCIÓN

El consumo de infusiones herbales ha mostrado un incremento importante en el mundo, en los últimos años, estimándose un mercado mundial de infusiones herbales de 25 a 30 mil millones de dólares anuales (Khan y Rauf, 2014). En el caso del género *Buddleja*, numerosas investigaciones se han llevado a cabo (Gutiérrez-Rebolledo *et al.*, 2018). La especie *Buddleja scordioides* (salvilla), cuya presencia y consumo se encuentra localizado en el Norte de México, ha sido empleada de manera tradicional para el tratamiento de algunas patologías, en especial relacionadas con padecimientos gástricos. Experimentos recientes han mostrado que parte de sus efectos benéficos a la salud, en especial sus efectos anti-inflamatorios y anti-oxidantes se encuentran relacionados con su composición química, particularmente con su contenido de polifenoles, entre los que se puede citar a grupos de ácidos fenólicos, flavonoides, flavan-3-oles, entre otros (Díaz-Rivas *et al.*, 2018). El compuesto más significativo presente en salvilla es la linarina, pero también se ha documentado la presencia de quercetina aglicona y glicosidada (Díaz-Rivas *et al.*, 2015) y verbascósidos (Acevedo *et al.*, 2005).

Una alternativa al manejo e incremento en el consumo de bebidas herbales es el empleo de métodos de concentración. Con ellos se busca que los concentrados herbales sean estables al tiempo en función de sus características de calidad y bioefectividad para poder emplearse como ingrediente clave en la fabricación de bebidas listas para consumo o bien para su uso en comedores industriales y escolares (Lehmborg y Ma, 2000). Las ventajas de un concentrado herbal sobre un polvo o bien sobre la infusión herbal diluida, se encuentra en el hecho de que un concentrado es más sencillo de manejar

\*Autor para correspondencia: José Alberto Gallegos Infante  
 Correo electrónico: [agallegos@itdurango.edu.mx](mailto:agallegos@itdurango.edu.mx)

que la infusión diluida. El concentrado de una infusión herbal se acerca más a lo que el consumidor espera obtener al consumir un producto de dichas características, además de las ventajas energéticas sobre los polvos y la facilidad de manejo, al disminuir el contenido de agua sobre las infusiones diluidas (Lehmberg *et al.*, 2002).

Tradicionalmente, los concentrados herbales han sido considerados fisicoquímicamente inestables, por lo que su uso es relativamente menor al de otros procesos tecnológicos (Dimitrijevic y O'connell, 2008). Sin embargo, diversos autores indican que bajo ciertas condiciones de proceso (temperaturas relativamente bajas, empleo de condiciones de vacío, flujos relativamente bajos), es posible obtener infusiones herbales de buena calidad, sin embargo dichas condiciones regularmente se encuentran asociadas con bajos rendimientos y poca eficiencia (Li *et al.*, 2013).

Uno de los problemas más importantes es que los métodos de concentración involucran tratamiento térmico, donde el calor aplicado puede afectar a los compuestos bioactivos presentes en la infusión, reduciendo la calidad funcional del producto final (Gancel *et al.*, 2011) entre otros factores como el contenido de humedad, pH y el tiempo (Galicia *et al.*, 2008).

Existen varios métodos de concentración, dentro de los cuales la evaporación mediante película descendente agitada es una alternativa viable para productos con presencia de compuestos termolábiles. En el caso de la fabricación de concentrados de té (*Camellia sinensis*), es la técnica más empleada; regularmente son operados a vacío, en tanto que su tiempo de residencia es de unos pocos segundos.

En los evaporadores de película descendente agitados, el fluido suministrado cae a lo largo de una pared cilíndrica vertical y es agitado por un rotor de aspas. La agitación provoca la aparición de una película descendente a lo largo de la pared, con movimiento radial, ocasionado tanto por el movimiento del rotor, como por la caída natural debido a la fuerza de gravedad. Adicionalmente se forma un flujo espiral descendente entre la pared y el aspa del rotor. La presencia de la película descendente sugiere la transferencia eficiente de calor entre el fluido y la pared cilíndrica, así como la evaporación a través de la película descendente; en tanto que en el flujo espiral descendente predomina la transferencia de momento y masa entre la película y el flujo espiral descendente (Thome, 1999). Lo anterior puede provocar resultados no deseados en procesos de concentración donde se involucran compuestos termosensibles. A nivel industrial, las condiciones preferidas para llevar a cabo una evaporación mediante evaporadores de película descendente agitada de infusiones herbales, en específico de té, son de 115 a 195° F con una presión de 1.5 a 10 psi (Kim *et al.*, 2007). Desde el punto de vista organoléptico, las infusiones no sufren un impacto negativo, pero se desconoce su efecto sobre los compuestos bioactivos presentes (Joubert y Schulz, 2012).

Una vez tratada la infusión, el concentrado es diluido con agua, para obtener el té listo para consumo final. Las diluciones comúnmente empleadas en los concentrados

herbales son realizadas de tal manera que se obtienen valores de hasta 0.08% de contenido de sólidos de infusión (Sha-Sha y Li, 2009). En general los concentrados herbales son preparados con un contenido relativamente bajo de sólidos y a un valor de pH, que en el caso de infusiones de té es de aproximadamente 4.2 (Ochanda, 2012).

La mayoría de las investigaciones sobre infusiones herbales se han enfocado a la estabilidad microbiológica, contenido de volátiles y aceptabilidad, en especial en té; sin embargo, en infusiones herbales como de *Buddleja scordioides* se desconocen estas características. Por lo tanto, el objetivo del presente trabajo fue determinar el efecto que tiene el proceso de concentración mediante un evaporador de película descendente agitada sobre la composición fitoquímica y actividad antioxidante de concentrados de *Buddleja scordioides*.

## MATERIALES Y METODOS

Fueron adquiridos ácido fórmico (Química Monterrey, Monterrey, N.L., México), acetona, (CTR Scientific, Monterrey, N.L., México), metanol y acetonitrilo (JT Baker, Toluca, Edo de Mex., México). Los ácidos 4-hidroxibenzoico, 2,5-dihidroxibenzoico, 2,4,6 trihidroxibenzaldehído, protocatecoico, caféico, gálico, clorogénico, quínico, ferúlico, cumárico, vanílico, rosmarínico, caftárico, trans-cinámico, siríngico, ascórbico, sinápico, 4-O-cafeoilquínico, 3,4-di-cafeoilquinico, 4,5-di-O cafeoilquínico, así como quercetina, naringenina, naringina, procianidina B1/B2, galocatequina, catequina, epicatequina, galocatequina galato, epicatequina galato, quercetin 3-O-glicósido, miricetina, rutina, luteolina, kaempferol, kaempferol 3-O-glicósido, neohesperidina, florizdina dihidrato, apigenina, fletina, acetina, quercetina glucurónido se adquirieron de Sigma-Aldrich (St Louis, MO, USA). Los reactivos DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazilo), Folin-Ciocalteu 2N y bicarbonato de sodio fueron de Sigma-Aldrich (Toluca, Edo de México, México).

La salvilla (*Buddleja scordioides*) fue recolectada en 2015 en la localidad de José Guadalupe Ramírez, municipio de Francisco I. Madero, Durango, Dgo. México (24°18'58.5"N 104°05'02.6"W) identificada por la Dra. Socorro González-Elizondo y depositada con el número de voucher 47538 en el Herbario del CIIDIR-IPN, Unidad Durango. La infusión herbal fue preparada, siguiendo la metodología propuesta por Autora *et al.* (2009). Brevemente, la salvilla colectada, secada a temperatura ambiente y a la sombra por aproximadamente dos semanas, molida y tamizada en malla de 0.04 mm de diámetro. Se pesaron 200 g de salvilla molida y fueron colocados en un recipiente con 20 L de agua (80°C, 10 min), la infusión fue enfriada a temperatura ambiente y filtrada mediante manta de cielo.

### Obtención de los concentrados de Salvilla

La concentración de las infusiones de salvilla se llevó a cabo mediante el uso de un evaporador de película descendente agitada a una velocidad de flujo de 20 L/h, una presión de vapor de 275 KPa y una presión de vacío de 21.60 cm de

Hg. Tales condiciones de operación para las muestras de salvia fueron determinadas a partir de experimentos previos con infusiones de té negro, evaluando dos velocidades de flujo (20 y 30 L/h), tres condiciones de presión de vapor (250, 275 y 300 KPa) y dos condiciones de presión de vacío (21.60 y 27 cm de Hg) y se determinó trabajar bajo las condiciones que menor impacto generaron sobre los componentes químicos presentes en té negro (datos no mostrados).

## pH

Los valores de pH tanto de las infusiones como de los concentrados fueron medidos mediante un potenciómetro (Sens Ion 1 Hach, Loveland, CO, EUA), mientras que los datos de color (parámetros de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$ ) se obtuvieron mediante el empleo de un colorímetro (Konica Minolta CR-400, Ramsey, NJ, EUA)..

## Sólidos

El contenido de sólidos (peso seco) de los concentrados fue determinado mediante la siguiente metodología, se tomaron 5 mL de muestra experimental, los cuales se colocaron en tubos de ensaye previamente pesados, centrifugados a una velocidad de 4000 rpm, durante 25 min, el sobrenadante fue removido por decantación de los tubos, los cuales fueron pesados y su peso registrado. Posteriormente, los tubos se colocaron en una estufa a 95°C durante 3 h. Los resultados fueron obtenidos, aplicando la fórmula siguiente:

$$\text{Sólidos/vol} = \frac{\text{Peso del tubo con muestra(g)} - \text{Peso de tubo vacío(g)}}{\text{Volumen de muestra (mL)}} \quad (1)$$

## Sólidos solubles

El contenido de sólidos solubles se realizó tomando 1 mL de muestra, la cual fue colocada en el prisma de un refractómetro portátil (Atago, DPH-2, Tokio, Japón), a temperatura ambiente y la lectura fue registrada, reportándose como °Brix.

## Contenido de fenoles totales

El contenido de fenoles totales fue determinado mediante el procedimiento descrito por Velioğlu *et al.* (1998) adaptado para microplacas. Brevemente, 25 µL de muestra fueron colocados dentro de cada pozo de la microplaca, se adicionaron 80 µL de agua destilada y 5 µL de reactivo de Folin-Ciocalteu. La mezcla fue mantenida en reposo durante 5 min, posteriormente se le adicionaron 80 µL de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (7.5%), se mantuvo en reposo durante 30 min, tomándose la lectura a 750 nm, en un lector de microplacas ELISA (Daigger). Se empleó ácido gálico como estándar y los resultados fueron expresados como miligramos equivalentes de ácido gálico por gramo de muestra seca (mg GAE/g).

## Contenido de flavonoides totales

El contenido de flavonoides totales fue determinado de acuerdo con la metodología propuesta por Rocha-Guzmán *et al.* (2012). Brevemente, a 20 µL de muestra colocados

en el pozo de la microplaca, se le adicionaron 6 µL de  $\text{NaNO}_2$  (5 %), 12.5 µL de  $\text{AlCl}_3$  (10 %), 40 µL de NaOH (1 M) y 122 µL agua desionizada; la mezcla se dejó en reposo por 5 min y se tomó lectura a 515 nm en un lector de microplacas ELISA (Daigger). Se empleó (+)-catequina como estándar y los resultados fueron expresados como miligramos equivalentes de (+)-catequina por gramo de muestra (mg CE/g de muestra).

## Ensayo del DPPH

La capacidad antioxidante fue evaluada mediante el empleo del método del atrapamiento del radical DPPH (Brand-Williams *et al.*, 1995). Brevemente, para la curva de calibración se tomaron 2990 µL de una solución metanólica de DPPH, se mezcló con 10 µL de catequina en un rango de concentración de 0–1000 µg/mL. En el caso de las muestras experimentales, se tomaron 0.5 mL y se adicionaron a 3.5 mL de la solución metanólica de DPPH, en tanto que una solución metanol/ agua 1:1 fue empleada como control. Las lecturas se tomaron a 515 nm en un espectrofotómetro UV/VIS Cary 50 a los 15 min. Los resultados fueron expresados como %RSA (% de atrapamiento de radicales libres), mediante el empleo de la siguiente expresión:

$$\% \text{Inhibición} = \left( \frac{[\text{Abs}]_{\text{control}} - [\text{Abs}]_{\text{muestra}}}{[\text{Abs}]_{\text{control}}} \right) \times 100 \quad (2)$$

## Análisis de compuestos fenólicos mediante UPLC-ESI-MS/MS

Se llevaron a cabo análisis químicos de compuestos fenólicos presente en las muestras experimentales (infusiones y concentrados) mediante UPLC-ESI-MS/MS. Brevemente, se tomaron 100 µL de cada muestra y se colocaron en insertos, los cuales fueron colocados dentro de viales color ámbar. El análisis se llevó a cabo en un sistema Aquity UPLC (Agua Corp. Milford, MA, USA) acoplado a un tandem cuadrupolar Xevo TQ-S (Waters Corp), empleando el módulo de ionización negativa (ESI-). Se empleó una columna de fase reversa Acquity UPLC BEH C8 (2.1 x 150 x 1.7 µm), mantenida a 20-40°C. Se empleó un voltaje de 20-70 V, un volumen de inyección de 1 µL. Como fase móvil se empleó una mezcla de agua/ácido fórmico 7.5 mM (fase A) y acetonitrilo (fase B) con una velocidad de flujo de 0.250 mL/min, la temperatura de la fuente fue de 150°C, la temperatura de solvatación fue de 350°C, con un flujo de gas (Argón) en cono de 151 L/h y un flujo de nitrógeno de 646 L/h. Se utilizó el siguiente gradiente: inicial A 95%; 0.8 min A 95%; 1.2 min A 90%; 1.9 min A 90%; 2.4 min A 85%; 3.7 min A 85%; 4 min A 79%; 5.2 min A 79%; 5.7 A 73%; 8 min A 50%; 9 min A 0%; 11.5 min A 95%.

La identificación de los compuestos de interés se llevó a cabo mediante la comparación de los tiempos de retención, identificación del ion padre y el patrón de fragmentación de los estándares contra las muestras experimentales. En tanto que la cuantificación de estos se llevó a cabo mediante la generación de curvas patrón a diversas concentraciones (en un rango de 0–100 ng/µL).

## Análisis estadístico

Los datos obtenidos fueron expresados como el valor de media  $\pm$  desviación estándar y se analizaron mediante análisis de varianza de una sola vía. En el caso de los análisis de UPLC-ESI-MS/MS, los datos de las curvas patrón se obtuvieron mediante el uso de análisis de regresión. En el caso de los experimentos de obtención de infusiones y concentrados se trabajó con tres réplicas, en tanto que en el caso de las muestras espectrométricas, se realizaron tres réplicas con inyecciones por duplicado.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos acerca de las propiedades físicas de las infusiones y los concentrados se muestran en la Tabla 1. Con respecto al valor de pH, se encontró que no existe influencia del proceso de concentración sobre este parámetro, mostrando un valor aproximado de 6.6, para ambas muestras experimentales. En la literatura no hay datos sobre los valores de pH de infusiones de *Buddleja scordioides*, pero en el caso de diversas infusiones herbales, se han reportado valores de pH ligeramente más ácidos (6.1) que el obtenido en el presente trabajo experimental (Łozak *et al.*, 2002). En general, se puede indicar que en general los compuestos de tipo flavonoide presentan un comportamiento acido-base neutro a condiciones ácidas (por debajo de pH 3), en tanto que en condiciones cercanas a la neutralidad presentan una carga negativa, lo cual interfiere con muchas de sus propiedades benéficas (Martínez-Flores *et al.*, 2002). En lo que respecta a los resultados encontrados, en todas las infusiones herbales se observan valores superiores a 3, por lo que sería deseable acidificar las infusiones obtenidas antes de ser comercializadas.

**Tabla 1.** pH, °Brix, sólidos totales de infusiones y concentrados de salvilla.

**Table 1.** pH, °Brix, total solids of infusions and concentrates from salvilla.

Muestra	pH	°Brix	Sólidos totales	L*	a*	b*
Infusión de salvilla	6.68 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>	0.1 $\pm$ 0.0 <sup>a</sup>	5.69 mg/mL $\pm$ 0.003 <sup>a</sup>	9.68 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	-0.34 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	1.43 $\pm$ 0.00 <sup>a</sup>
Concentrado de salvilla	6.63 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.2 $\pm$ 0.0 <sup>b</sup>	8.35 mg/mL $\pm$ 0.004 <sup>b</sup>	8.33 $\pm$ 0.01 <sup>b</sup>	-0.38 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	1.20 $\pm$ 0.01 <sup>b</sup>

Literales diferentes en la misma columna indican diferencia estadística significativa ( $p < 0.05$ )

Con respecto a los °Brix, el contenido de sólidos solubles resultó bajo para la muestra concentrada, ocasionado probablemente por la baja cantidad de sólidos solubles presentes inicialmente en la infusión. Respecto al contenido de sólidos totales, se observó un mayor contenido en el concentrado de salvilla (alrededor de un 50% más). En la literatura, poca información existe sobre infusiones herbales; En el caso de té, se han encontrado documentos que indican que el contenido de °Brix en muestras concentradas de té industriales oscilan entre 0.2 y 0.4 °Brix (Lehmberg y Ma, 2000). Akhter *et al.* (2010) reportan contenidos °Brix en infusiones herbales

concentradas en un rango de 0.12 a 0.15°Brix. Dichos valores son inferiores a los encontrados experimentalmente, lo que indica mejores condiciones de concentración logradas en el presente trabajo. Es conocido en la industria de concentrados, que de las propiedades físicas que resultan más afectadas durante la concentración por calor, está el color (Lehmberg *et al.*, 2002). En los resultados obtenidos en el presente trabajo experimental, se observa un mayor valor de L\* en el caso de las infusiones, indicando que el proceso de concentración provoca una luminosidad menor en los concentrados (más oscuro), así como un amarillo más intenso que en las infusiones. Dichos cambios pueden asociarse a cambios en la composición fenólica de las muestras, indicando cierto grado de afectación a los fitoquímicos presentes. Sin embargo, aunque se observaron diferencias estadísticas, éstas fueron relativamente pequeñas, ya que en el caso de L\*, la diferencia fue de alrededor de 14%, en b\*, la diferencia fue de alrededor de 16%, en tanto que en el parámetro a\* no se observaron diferencias estadísticas significativas. Los resultados obtenidos de contenido de fenoles y flavonoides se muestran en la Tabla 2. El contenido de fenoles totales muestra que hay una diferencia significativa entre los concentrados y las infusiones de salvilla. Los resultados están expresados en función de la masa, no del volumen, por lo que atribuir dicho incremento a la disminución de agua en los concentrados no resulta posible. Algunos autores han señalado que, resultado del tratamiento térmico, algunas moléculas de naturaleza polifenólica pueden ser degradadas a moléculas más pequeñas (ácidos fenólicos), lo que puede incrementar la lectura del contenido relativo de fenoles totales (Dewanto *et al.*, 2002). Por otro lado, al analizar el contenido de flavonoides totales, llama la atención los resultados obtenidos, ya que no se observa un incremento de estos, en las muestras concentradas, sino por el contrario, la cantidad de flavonoides disminuyó, en comparación con las infusiones (34% menos cantidad de flavonoides en los concentrados). Los resultados de la capacidad de atrapamiento del radical DPPH expresados en porcentaje, indican claramente que dicha capacidad se encuentra asociada al contenido de flavonoides totales, más que al contenido de fenoles totales, ya que las infusiones mostraron una mayor capacidad de atrapamiento que los concentrados (más del 45%). Sin embargo, es necesario indicar que ciertas

**Tabla 2.** Contenido de fenoles y flavonoides totales, atrapamiento de radical DPPH en infusiones y concentrados de salvilla.

**Table 2.** Total phenolic and flavonoid contents, DPPH radical scavenging in infusions and concentrates of salvilla.

Muestra	Fenoles totales (mg eq de ácido gálico/g muestra)	Flavonoides totales (mg eq de catequina/g muestra)	Atrapamiento de radical DPPH en %
Infusión de salvilla	15.62 $\pm$ 0.13 <sup>a</sup>	10.76 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>	88.76 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>
Concentrado de salvilla	24.65 $\pm$ 1.33 <sup>b</sup>	7.06 $\pm$ 0.37 <sup>b</sup>	46.66 $\pm$ 0.05 <sup>b</sup>

Literales diferentes en la misma columna indican diferencia estadística significativa ( $p < 0.05$ )



infusiones herbales, específicamente el té negro, muestran una baja capacidad de atrapamiento de radical DPPH, pero una extraordinaria capacidad de atrapamiento de otro tipo de radicales, en especial de óxido nítrico (Paquay *et al.*, 2000). Por ello resulta importante llevar a cabo un análisis más profundo sobre el comportamiento de los componentes químicos de naturaleza polifenólica presentes en las infusiones y concentrados de salvilla (*Buddleja scordioides*), incluyendo otras pruebas de capacidad antioxidante como la del óxido nítrico, inhibición de la oxidación de la desoxi-d-ribosa, entre otras. Los cambios observados en la composición polifenólica de infusiones y concentrados de salvilla, se muestran en la Tabla 3. Con respecto a los resultados obtenidos para los compuestos químicos pertenecientes a la familia de los ácidos hidroxicinámicos, se observó un incremento en la concentración de estos, siendo el incremento más notable, el del ácido caféico (un incremento de cerca del 400%). Diversos documentos han indicado que en el caso de infusiones herbales de canela, se incrementa de forma considerable el ácido caféico. Por otra parte, Raffo *et al.* (2007) indican que el tratamiento térmico no afecta el contenido total de ácidos hidroxicinámicos presentes en pimientos rojos. Jacob *et al.* (2010) observaron un incremento de hasta 300% en el contenido de ácidos hidroxicinámicos en tomate concentrado, atribuyéndolo al efecto que el procesamiento térmico provoca en las paredes celulares del tomate, lo que facilita la extracción de este tipo de compuestos, derivados del ácido clorogénico. Sin embargo, en el caso de las infusiones resulta difícil explicarlo en este sentido, debido a que el sistema se encuentra altamente saturado de agua y las paredes celulares de la planta fueron sometidas tanto a una molienda como a un tratamiento con agua caliente para obtener la infusión, previo al proceso de concentración.

En el caso de los ácidos hidroxibenzoicos, se observó un incremento en los dos compuestos identificados y cuantificados, mostrados en la Tabla 3. En el caso del ácido 4-hidroxibenzoico, su incremento puede explicarse por el tratamiento térmico aplicado, pero el incremento en el contenido de ácido protocatecoico puede deberse a otras razones, tales como la degradación de compuestos de mayor peso molecular que dan lugar a estructuras más pequeñas (Buchner *et al.*, 2006).

En lo que respecta al comportamiento de los flavonoides analizados contra estándar, se observó en todos los casos una mayor cantidad de éstos en las muestras concentradas de salvilla, (incrementos de alrededor de 50%), excepto en el caso de acacetina y apigenina, en donde el incremento fue incluso superior al observado para los ácidos hidroxicinámicos. En el caso de la acacetina se ha documentado que dicho compuesto puede obtenerse a partir de otros compuestos polifenólicos como la quercetina o la florezina en presencia de calor (Radoiu *et al.*, 2017). En el presente trabajo, el contenido de quercetina no se vio disminuido, pero no se evaluó el contenido de florezina o de otros compuestos que pudiesen derivar en el incremento tan importante de la acacetina. En el caso de los flavonoides analizados solo mediante

su abundancia, llama la atención el caso del hiperósido (3-O-galactósido de quercetina), el cual mostró una disminución muy importante (cerca de 10 veces) en las muestras concentradas de salvilla. Almeida *et al.* (2015) indican que el hiperósido es más lábil que otros flavonoides. Por lo que la disminución observada en el contenido de flavonoides totales puede ocasionarse por la degradación del hiperósido, en tanto que el incremento de la acacetina pudo deberse al incremento de quercetina proveniente de la degradación del hiperósido, mismo que posteriormente se derivó a acacetina. Este dato puede soportarse por el incremento importante detectado en la cantidad de quercetina y sus derivados en las muestras concentradas de salvilla.

En el caso de las flavonas y flavanonas, igualmente se observó un incremento en el contenido de estas para las muestras concentradas.

Un grupo de compuestos muy importante para el caso de *Buddleja* es el de los verbascósidos, los cuales fueron identificados mediante el patrón de fragmentación, pero no fueron cuantificados al no disponerse de estándares. Sin embargo, se realizó una comparación entre los verbascósidos observados en las infusiones y en los concentrados, encontrándose que existe una disminución relativa en uno de los verbascósidos identificados (Acterósido 2), en tanto que en el resto de los compuestos el valor fue similar. El otro compuesto relevante para el caso de la salvilla es la linarina, donde se aprecia un ligero incremento relativo en los concentrados con respecto a la infusión de salvilla. Dicho resultado es interesante, ya que diversos documentos han mostrado que la estabilidad térmica de la linarina es baja, mostrando una cinética de degradación de primer orden (Deng *et al.*, 2016). Sin embargo, Cheng-Ping *et al.* (2011) encontraron que la estabilidad térmica de la linarina es dependiente del pH, donde a pH de 4 – 6, es altamente estable a la temperatura, pero a pH neutro o ligeramente alcalino, es altamente inestable.

La explicación de la disminución en la capacidad de atrapamiento de radical DPPH, puede estar asociada a una investigación llevada a cabo por Fadda *et al.* (2014), donde se señala que la reacción de DPPH depende del tiempo al que se determine la reacción, de la concentración inicial de DPPH y de la relación antioxidante/DPPH. En el presente trabajo, la concentración de antioxidantes era mayor en el caso de los concentrados, sin embargo, al evaluar el contenido fitoquímico de infusiones y concentrados, se observa que el contenido de hiperósido (Quercetina-3-O-galactósido) y de un verbascósido (Acterósido 2) fueron mayores en la infusión que en los concentrados, dejando como una posible explicación que la mayor capacidad de atrapamiento de DPPH de las infusiones de salvilla se encuentren asociados a este tipo de compuestos, sin embargo mayor trabajo experimental se requiere para poder soportar tal explicación. Otra posibilidad es que debido al incremento en la cantidad de compuestos de naturaleza antioxidante (y eventualmente pro-oxidantes), se generen especies reactivas de oxígeno que reaccionan con los antioxidantes presentes en las infusiones, provocando que la mayor cantidad de compuestos de naturaleza antioxi-

Tabla 3. Perfil de compuestos fenólicos en infusiones y concentrados de salvilla determinados mediante UPLC-ESI-MS/MS.  
Table 3. Phenolic compounds profile in infusions and concentrates of salvilla measured by UPLC-ESI-MS/MS.

<b>Salvilla (<i>Buddleja scordioides</i> Kunth)</b>		
<b>Compuesto</b>	<b>Infusión</b>	<b>Concentrado</b>
Ácidos fenólicos (µg de compuesto/mL)		
Ácidos hidroxicinámicos		
Ácido quínico	15.16 ± 0.42	33.68 ± 0.30
Ácido clorogénico	0.07 ± 0.00	0.14 ± 0.00
Ácido 4-O-cafeoilquinico	0.00 ± 0.00	0.00 ± 0.00
Ácido cafeico	0.79 ± 0.01	3.42 ± 0.03
Ácido cumárico	0.20 ± 0.01	0.76 ± 0.03
Ácido ferúlico	0.20 ± 0.00	0.61 ± 0.00
Ácido rosmarínico	0.05 ± 0.00	0.15 ± 0.00
Contenido total de ácidos hidroxicinámicos	16.47 ± 0.46	38.77 ± 0.37
Ácidos hidroxibenzoicos		
Ácido protocatecoico	1.46 ± 0.21	3.71 ± 0.11
Ácido 4 hidroxibenzoico	1.11 ± 0.05	1.70 ± 0.02
Contenido total de ácidos hidroxibenzoicos	2.57 ± 0.26	5.41 ± 0.13
Contenido total de ácidos fenólicos	19.04 ± 0.72	44.18 ± 0.50
Flavonoides (µg de compuesto/mL)		
Flavonoles		
Rutina	0.43 ± 0.00	0.67 ± 0.01
Quercetina 3-O-glicósido (isoquercetina)	6.01 ± 0.04	9.05 ± 0.15
Quercetina glucuronido	1.91 ± 0.05	3.37 ± 0.04
Quercetina	4.05 ± 0.10	6.80 ± 0.03
Apigenina	0.05 ± 0.00	0.27 ± 0.00
Acacetina	0.13 ± 0.00	0.76 ± 0.02
Contenido total de flavonoles	12.57 ± 0.19	20.93 ± 0.25
Flavona		
Luteolina	1.76 ± 0.00	6.18 ± 0.00
Contenido total de flavonas	1.76 ± 0.00	6.18 ± 0.04
Flavanonas		
Eriodictiol	0.02 ± 0.00	0.06 ± 0.00
Contenido total de flavanonas	0.02 ± 0.00	0.06 ± 0.00
Contenido total de flavonoides	14.35 ± 0.19	27.17 ± 0.29
Flavonoides identificados por MS Scan (% Relativo, abundancia individual/abundancia total expresada en %)		
Quercetina 3-O-galactósido (Hiperósido)	13 ± 0.30	0.90 ± 0.00
Quercetina 3-O-ramnósido	0.02 ± 0.00	0.18 ± 0.00
Linarina	83.80 ± 2.50	56.27 ± 1.15
Quercetina 4-metileter (tamanxentina)	3.53 ± .10	42.65 ± 0.89
Flavonoides identificados por MS Scan (Abundancia de compuesto/mL) (% Relativo (abundancia individual/abundancia total expresada en %)		
Campneósido	16.23 ± 0.88	40.61 ± 1.20
Acterósido	33.68 ± 0.25	27.51 ± 0.76
Isopoliumsido	0.89 ± 0.00	1.28 ± 0.00
Acterósido 2	49.20 ± 0.45	30.60 ± 1.40

Valores promedio ± desviación estándar

dante no se encuentren disponibles para el atrapamiento del radical DPPH (Manzocco *et al.*, 1998; Roy *et al.*, 2010).

## CONCLUSIONES

La concentración de infusiones de salvilla (*Buddleja scordioides*) mediante el empleo de un evaporador de película descendente agitada, no produce cambios significativos en el valor de pH y el contenido de fenoles totales, aun cuando si produce cambios en el color y en el contenido de flavonoides totales asociado a la disminución de hiperósido que puede tener influencia negativa sobre la capacidad antioxidante de la bebida. Aún con dicho decremento, es posible obtener concentrados de infusiones herbales, manteniendo una buena cantidad de compuestos bioactivos y con afectaciones mínimas a su capacidad antioxidante.

## AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo fue financiado parcialmente por el proyecto TecNM 6074.17-P. El primer autor J. O. Díaz-Rivas agradece la beca otorgada por el CONACYT para llevar a cabo sus estudios de doctorado.

## REFERENCIAS

- Acevedo, J. A., Castañeda, C. M. C., Benitez, F. J. C., Durán, D. A., Barroso, V. R., Martínez, C. G., Muñoz, L.J.L., Martínez, C.A. & de Vivar, A. R. 2005. Photoprotective activity of *Buddleja scordioides*. *Fitoterapia*, 76, 301-309.
- Akhter, S., Hussain, A., & Iman, S. 2010. Preparation and evaluation of physicochemical characteristics of herbal drink concentrate. *Pakistan Journal of Biochemistry and Molecular Biology*, 43, 149-152.
- Almeida, I. F., Maleckova, J., Saffi, R., Monteiro, H., Góios, F., Amaral, M. H., Costa, P.S., Garrido, J., Silva, P., Pestane, N. & Bahia, M. F. 2015. Characterization of an antioxidant surfactant-free topical formulation containing *Castanea sativa* leaf extract. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 41, 148-155.
- Buchner, N., Krumbein, A., Rohn, S., & Kroh, L. W. 2006. Effect of thermal processing on the flavonols rutin and quercetin. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 20, 3229-3235.
- Cheng-ping, L. I. U., Yuan-er, Z. E. N. G., & Feng, G. A. O. 2011. Study on heat stability of Linarin in *Chrysanthemum indicum*. *Pharmacy Today*, 2, 11 – 14.
- Deng, H. X., Pan, H. Y., Chen, Z. Q., Zhang, Y. F., & Wang, L. H. 2016. Modeling of thermal degradation of linarin during concentration process. *China Journal of Chinese Materia Medica*, 41, 1380-1382.
- Dewanto, V., Wu, X., & Liu, R. H. 2002. Processed sweet corn has higher antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 4959-4964.
- Díaz Rivas, J. O., Herrera Carrera, E., Gallegos Infante, J. A., Rocha Guzmán, N. E., González Laredo, R. F., Moreno Jiménez, M. R., Ramos-Gomez, M., Reynoso-Camacho, R., Larrosa-Perez, M., Gallegos-Corona, M.A. 2015. Gastroprotective potential of *Buddleja scordioides* Kunth Scrophulariaceae infusions; effects into the modulation of antioxidant enzymes and inflammation markers in an in vivo model. *Journal of Ethnopharmacology*, 169, 280-286.
- Díaz-Rivas, J. O., González-Laredo, R. F., Chávez-Simental, J. A., Montoya-Ayón, J. B., Moreno-Jiménez, M. R., Gallegos-Infante, J. A., & Rocha-Guzmán, N. E. 2018. Comprehensive characterization of extractable phenolic compounds by UPLC-PDA-ESI-QqQ of *Buddleja scordioides* plants elicited with salicylic acid. *Journal of Chemistry*, vol. 2018, Article ID 4536970, 10 pages.
- Dimitrijevic, T. A. F., & O'connell, J. E. 2008. Tea extracts. U.S. Patent Application 20080254174A1.
- Fadda, A., Serra, M., Molinu, M. G., Azara, E., Barberis, A., & Sanna, D. 2014. Reaction time and DPPH concentration influence antioxidant activity and kinetic parameters of bioactive molecules and plant extracts in the reaction with the DPPH radical. *Journal of Food Composition and Analysis*, 35, 112-119.
- Galicia, R. M., Verde, R., Ponce, E., González, R. O., Saucedo, C., & Guerrero, I. 2008. Estabilidad de licopeno en tomates cv. Saladette (*Lycopersicon esculentum* Mill.) sujetos a distintas condiciones de almacenamiento. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 7, 253-262.
- Gancel, A. L., Feneuil, A., Acosta, O., Pérez, A. M., & Vaillant, F. 2011. Impact of industrial processing and storage on major polyphenols and the antioxidant capacity of tropical highland blackberry (*Rubus adenotrichus*). *Food Research International*, 44, 2243-2251.
- Gutiérrez-Rebolledo, G. A., Estrada-Zúñiga, M. E., Nieto-Trujillo, A., Cruz-Sosa, F., & Jiménez-Arellanes, M. A. 2018. In vivo anti-inflammatory activity and acute toxicity of methanolic extracts from wild plant leaves and cell suspension cultures of *Buddleja cordata* kunth (*buddlejaceae*). *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 17, 317-330.
- Jacob, K., García-Alonso, F. J., Ros, G., & Periago, M. J. 2010. Stability of carotenoids, phenolic compounds, ascorbic acid and antioxidant capacity of tomatoes during thermal processing. *Archivos latinoamericanos de nutrición*, 60, 192 – 197.
- Joubert, E., & Schultz, H. 2012. Production and quality aspects of rooibos tea and related products. A review. *Journal of Applied Botany and Food Quality*, 80, 138-144.
- Khan, H., & Rauf, A. 2014. Medicinal plants: economic perspective and recent developments. *World Applied Science Journal*, 31, 1925 - 1929.
- Kim, E. S., Liang, Y. R., Jin, J., Sun, Q. F., Lu, J. L., Du, Y. Y., & Lin, C. 2007. Impact of heating on chemical compositions of green tea liquor. *Food Chemistry*, 103, 1263-1267.
- Lehmborg, G. L., & Ma, S. X. 2000. Tea concentrate prepared by enzymatic extraction and containing xanthan gum which is stable at ambient temperature. U.S. Patent No. 6,024,991.
- Lehmborg, G. L., Spisak, M. J., Gobbo, S. A., & Kemly-Ellingham, M. M. 2002. Tea concentrate. U.S. Patent No. 6,413,570.
- Li, S., Lo, C. Y., Pan, M. H., Lai, C. S., & Ho, C. T. 2013. Black tea: chemical analysis and stability. *Food & Function*, 4, 10-18.
- Łozak, A., Sołtyk, K., Ostapczuk, P., & Fijałek, Z. 2002. Determination of selected trace elements in herbs and their infusions. *Science of the Total Environment*, 289, 33-40.
- Manzocco, L., Anese, M., & Nicoli, M. C. 1998. Antioxidant properties of tea extracts as affected by processing. *LWT-Food Science and Technology*, 31, 694-698.
- Martínez-Flórez, S., González-Gallego, J., Culebras, J. M., & Tuñón, M. 2002. Los flavonoides: propiedades y acciones antioxidantes. *Nutrición Hospitalaria*, 17, 271-278.
- Ochanda, S. O. 2012. A review of development of the Tea (*Camellia sinensis*) industry in Kenya and possible areas

- of exploitation for value addition. *African Journal of Horticultural Science*, 6, 1 – 10.
- Paquay, J. B., Haenen, G. R., Stender, G., Wiseman, S. A., Tijburg, L. B., & Bast, A. 2000. Protection against nitric oxide toxicity by tea. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 5768-5772.
- Radoiu, M., Chantreux, D., & Marchiori, B. 2017. Scale-up of one-step synthesis of acacetin and apigenin using 915MHz microwaves. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 114, 39-45.
- Raffo, A., Baiamonte, I., Nardo, N., & Paoletti, F. 2007. Internal quality and antioxidants content of cold-stored red sweet peppers as affected by polyethylene bag packaging and hot water treatment. *European Food Research and Technology*, 225, 395-405.
- Rocha-Guzmán, N. E., Medina-Medrano, J. R., Gallegos-Infante, J. A., Gonzalez-Laredo, R. F., Ramos-Gómez, M., Reynoso-Camacho, R., Guzman-Maldonado, H. & González-Herrera, S. M. 2012. Chemical evaluation, antioxidant capacity, and consumer acceptance of several oak infusions. *Journal of Food Science*, 77, c162-c166.
- Roy, M. K., Koide, M., Rao, T. P., Okubo, T., Ogasawara, Y., & Juneja, L. R. 2010. ORAC and DPPH assay comparison to assess antioxidant capacity of tea infusions: relationship between total polyphenol and individual catechin content. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 61, 109-124.
- Sha-sha, W. A. N. G., & Li, M. A. 2009. Progress in processing technology of tea drinks. *The Beverage Industry*, 4, 3-7.
- Thome, J. R. 1999. Falling film evaporation: state-of-the-art review of recent work. *Journal of Enhanced Heat Transfer*, 6, 263-278.
- Velioglu, Y. S., Mazza, G., Gao, L., & Oomah, B. D. 1998. Antioxidant activity and total phenolics in selected fruits, vegetables, and grain products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46, 4113-4117.