



# **INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo  
Integral Regional Unidad Oaxaca

Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de los  
Recursos Naturales

## **Evaluación de agentes encapsulantes y su efecto en las propiedades fisicoquímicas de los polvos de miel secados por aspersión**

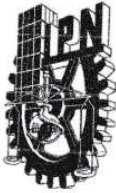
Tesis

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS EN CONSERVACIÓN Y  
APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES PRESENTA:

**Christopher Romeo García Cerqueda**

Directora de tesis:

Dra. Lilia Leticia Méndez Lagunas



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

SIP-14-BIS

*ACTA DE REVISIÓN DE TESIS*

En la Ciudad de Oaxaca siendo las 12:15 horas del día 04 del mes de diciembre del 2019 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CIIDIR OAXACA para examinar la tesis titulada:  
"Evaluación de agentes encapsulantes y su efecto en las propiedades fisicoquímicas de los polvos de miel secados por aspersion"

Presentada por el alumno:

García Cerqueda  
 Apellido paterno Apellido materno  
 Nombre(s): Christhoper Romeo

Con registro: 

A	1	8	0	1	1	0
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

**LA COMISIÓN REVISORA**

Directores de tesis

Dra. Lilia Leticia Méndez Lagunas

Dra. Anabel López Ortiz

Dr. Juan Rodríguez Ramírez

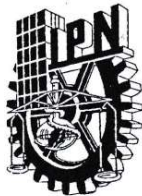
Dr. Sadoth Sandoval Torres

Dr. Luis Gerardo Barriada Bernal

**PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES**

Dr. Salvador Isidro Belmonte Jiménez

CENTRO INTERDISCIPLINARIO DE INVESTIGACIÓN PARA EL DESARROLLO INTEGRAL REGIONAL  
 C.I.I.D.I.R.  
 UNIDAD OAXACA  
 I.P.N.

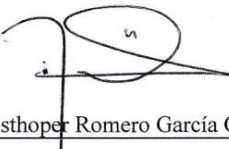



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

**CARTA CESIÓN DE DERECHOS**

En la Ciudad de Oaxaca el día 04 del mes diciembre del año 2019, el (la) que suscribe Christoper Romeo García Cerqueda alumno (a) del Programa de Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos Naturales con número de registro A180110, adscrito al Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dra. Lilia Leticia Méndez Lagunas y la Dra. Anabel López Ortiz y cede los derechos del trabajo titulado "Evaluación de agentes encapsulantes y su efecto en las propiedades fisicoquímicas de los polvos de miel secados por aspersión", al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección **chromga86@gmail.com**. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

  
Nombre y firma

  
CENTRO INTERDISCIPLINARIO  
DE INVESTIGACIÓN PARA EL  
DESARROLLO INTEGRAL REGIONAL  
C.I.I.D.I.R.  
CIUDAD OAXACA  
IPN

## Resumen

La miel es la sustancia dulce producida por las abejas obreras a partir del néctar de las flores. La deshidratación de la miel constituye un nuevo horizonte para los productores, absolutamente natural, tiene una relación directamente proporcional a la tendencia mundial de consumir productos orgánicos, libres de conservadores, bajos en calorías y nutritivos. El alto contenido de azúcares en la miel, principal constituyente y a quien se le atribuye la mayor parte de sus propiedades, como lo son su viscosidad, la cristalización y la temperatura de transición vítrea (Tg) hacen difícil el proceso de deshidratación, además el efecto térmico favorece la escisión de la fructosa y glucosa produciendo el 5-hidroximetilfurfural (HMF), compuesto que en altas concentraciones causa irritación en los ojos, tracto respiratorio superior, piel y membranas mucosas. El uso de la microencapsulación permite obtener un producto de miel en polvo, sin embargo para evitar los problemas de bajo rendimiento, higroscopicidad, apelmazamiento y baja fluidez característicos en soluciones con un porcentaje elevado de azúcares, se utilizaron aditivos de alto peso molecular y se determinaron condiciones de operación como la temperatura de entrada, la velocidad de atomización y el flujo de alimentación; concentrado de suero de leche (WPC), ovoalbúmina e inulina se seleccionaron después de varias pruebas preliminares como agentes encapsulantes. Por tanto, el objetivo de este trabajo es determinar el efecto de los materiales encapsulantes bajo condiciones de operación en los polvos de miel, estos parámetros son monitoreados de acuerdo con la norma mexicana NMX-F-036-1997 analizando su contenido de humedad (método de Karl Fischer), rendimiento (AOAC 1984), solubilidad (NMX-F-183-1986), color (MiniScan EZ escala La\*b\*), contenido de HMF (HPLC), azúcares (NMX-F-312-1978 método de Lane-Eynon), glucosa y fructosa (UHPLC) y proteínas (NMX-F-068-S-1980 Método Kjeldahl). Los polvos obtenidos obtuvieron valores significativamente diferentes según la mezcla de encapsulantes utilizados, el polvo identificado como 120 WPC70ALB30 fue el que en promedio obtuvo mejores resultados a pesar de ser un polvo catalogado por su ángulo de reposo (36.59°) como medianamente cohesivo tuvo un bajo contenido de humedad (4.37%), fue de los polvos con menor diferencia total de color (50.77), brindó una excelente protección en HMF (3.16 mg/Kg) y tuvo un buen índice de recuperación de polvos (62.14%).

## Agradecimientos

En estas breves líneas quiero expresar mi mas sincero agradecimiento a todas las personas que con su apoyo humano y científico permitieron la realización de este trabajo de investigación.

Primeramente agradecer el apoyo económico brindado tanto por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) como también al Instituto Politécnico Nacional (IPN) que además del apoyo económico permitió realizar pruebas necesarias en el Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías (CNMN), también agradecer al Instituto de Energías Renovables (IER-UNAM) por permitirme realizar análisis claves en esta investigación; así como también agradecer al Centro Interdisciplinario de Investigación y Desarrollo Integral Regional de Oaxaca (CIIDIR-Oaxaca) por ser una institución dedicada a la formación de profesionales y permitirme desarrollar este proyecto en el laboratorio de agro alimentos .

Muy especialmente a mi mentora y directora a la Dra. Lilia Leticia Méndez Lagunas por su infinita paciencia, guía, formación y ejemplo profesional invaluable quien creyó en este tema de investigación desde su planteamiento, retos, y análisis exhaustivos para poder desarrollar este proyecto.

A la Dra. Anabel López Ortiz, M.C. Laura Victoria Aquino Ramírez, Dr. Juan Rodríguez Ramírez, Dr. Sadoth Sandoval Torres y Dr. Luis Gerardo Barriada Bernal, quienes, con su trabajo diario, dedicación y sapiencia fueron sin duda fuente de admiración y motivación para lograr mis metas.

Agradezco enormemente a mi esposa y a mi familia que me apoyaron desde mi decisión de estudiar un posgrado y que me acompañaron en cada uno de los retos que esta me presentó.

A mis compañeros de posgrado quienes con su entusiasmo, alegría y conocimiento me ayudaron a retomar el ritmo que un posgrado demanda, a la M.C. Marlen que con su disciplina, tolerancia y conocimiento me animó a realizar profesionalmente mi análisis dentro del laboratorio.

## DEDICATORIA

A mi madre Lucía Cerqueda Martínez y a mi padre Romeo García Leyva por el bien que me enseñaron, llenos de paz y sabiduría a mis sueños nunca renunciar, por aborrecer todo lo malo con sus valores celestiales, por sus silencios elocuentes que me calman dulcemente, porque siempre están para mis hermanos y para mi tendiéndonos sus cálidos brazos, son modelos de vida, mi motor.

## Tabla de Contenidos

Capítulo 1 Introducción .....	11
1.1 Introducción .....	11
1.2 Justificación .....	12
1.3 Antecedentes .....	13
1.4 Objetivos .....	17
1.4.1 Objetivo general .....	17
1.4.2 Objetivos específicos .....	17
Capítulo 2 Marco referencial .....	18
2.1 La miel .....	18
2.1.1 Propiedades químicas de la miel .....	18
2.1.2 Propiedades físicas de la miel .....	21
2.2 Calidad en la miel .....	25
2.3 Características reportadas de la miel deshidratada .....	27
2.4 Proceso de secado .....	28
2.4.1 Secado por aspersión .....	29
2.5 Encapsulantes .....	33
2.5.1 Proteína de suero de leche .....	34
2.5.2 Inulina .....	35
2.5.3 Clara de huevo .....	36
Capítulo 3 Metodología .....	37
3.1 Material de estudio .....	37
3.1.1 Preparación de las soluciones .....	38
3.1 Diseño experimental .....	39
3.2 Secado por aspersión .....	40
3.4 Propiedades físicas de los polvos .....	41
3.4.1 Rendimiento de polvos .....	41
3.4.2 Solubilidad .....	42
3.4.3 Color .....	42
3.4.4 Morfología .....	43
3.4.5 Temperatura de transición vítrea .....	43
3.5 Propiedades de fluidez y de manejo de los polvos .....	44
3.5.1 Densidad real y densidad aparente de los polvos .....	44
3.5.2 Porosidad .....	45
3.5.3 Ángulo de reposo .....	45
3.6 Propiedades químicas de los polvos .....	46
3.6.1 Hidroximetilfurfural .....	46
3.6.2 Azúcares .....	47
3.6.3 Proteínas .....	49
Evaluación sensorial .....	50
Capítulo 4 Resultados y discusiones .....	51

4.1 Propiedades físicas.....	51
4.1.1 Rendimiento de polvos .....	51
4.1.2 Solubilidad .....	53
4.1.3 Contenido de humedad .....	54
4.1.4 Color .....	56
4.1.5 Morfología .....	58
4.2 Propiedades de fluidez y manejo .....	63
4.2.1 Densidad real y aparente de los polvos.....	63
4.2.2 Ángulo de reposo .....	65
4.2 Propiedades químicas de los polvos .....	65
4.2.1 Hidroximetilfurfural.....	65
4.2.2 Azúcares.....	67
4.2.3 Proteínas.....	69
4.3 Prueba sensorial .....	70
5 Conclusiones y recomendaciones .....	71
5.1 Conclusiones .....	71
5.2 Recomendaciones .....	72
6 ANEXOS .....	73
7 Bibliografía .....	79



## Lista de tablas

Tabla 1 Azúcares en la miel .....	19
Tabla 2 Propiedades afectadas por la Tg .....	22
Tabla 3 Parámetros de calidad en miel bajo norma NMX-F-036-199.....	26
Tabla 4 Propiedades reportadas de miel en polvo .....	27
Tabla 5 Efecto de las variables en el secado por aspersion .....	32
Tabla 6 Cantidades utilizadas .....	40
Tabla 7 Especificaciones del equipo Mobil Minor Spray Dryer .....	41
Tabla 8 Rendimiento en trabajos relacionados .....	51
Tabla 9 Rendimiento de polvos .....	52
Tabla 10 Solubilidad de polvos.....	54
Tabla 11 Contenido de humedad .....	55
Tabla 12 Color .....	57
Tabla 13 Densidad real, densidad aparente, porosidad y angulo de reposo en los polvos de miel .....	64

## Lista de figuras

Fig. 1 Espacio de color.....	24
Fig. 2 Proceso de secado por aspersión .....	29
Fig. 3 Etapas de una gota secada por aspersión .....	30
Fig. 4 Etapas en el secado por aspersión.....	31
Fig. 5 Obtención WPC.....	34
Fig. 6 Molécula de inulina .....	35
Fig. 7 Microscopía de polvos de miel. Tratamientos 120WPC60ALB40 y 120WPC60INL40; a) y b) X250; c) y d) X500; e) y f) X1000.....	59
Fig. 8 Microscopía de polvos de miel. Tratamientos 120WPC70ALB30 y 120WPC70INL30. a) y b) X250; c) y d) X500; e) y f) X1000.....	60
Fig. 9 Microscopía de polvos de miel. Tratamientos 110WPC60ALB40 y 110WPC60INL40; a) y b) X250; c) y d) X500; e) y f) X1000.....	61

# Capítulo 1

## 1.1 Introducción

La miel es la sustancia dulce producida por las abejas obreras a partir del néctar o de la exudación de las flores, que dichas abejas recogen, transforman mediante enzimas específicas y almacenan después en panales (Lopez *et al.*, 2000); tales características han hecho de la miel un elemento importante en la dieta humana a través de las diferentes civilizaciones, teniendo los primeros registros de su consumo desde la época de las cavernas como lo demuestran las pinturas rupestres, descubriendo sus propiedades a lo largo de la historia que van desde aplicaciones cosméticas y medicinales. Sin embargo, la miel en su estado natural tiene algunas desventajas como su difícil manejo, transporte, almacenamiento y su cristalización, proceso en el cual se promueve la fermentación y cambios en sus características organolépticas.

La deshidratación de la miel ha constituido un nuevo horizonte para los productores de miel, absolutamente natural, tiene una relación directamente proporcional a la tendencia mundial de consumir productos orgánicos, libres de conservadores, bajos en calorías y nutritivos; en el proceso de secado por aspersion el material de alimentación se atomiza dentro de una cámara en la cual se introduce aire caliente u otro gas, el líquido es evaporado, dejando partículas sólidas.

La miel por su alto contenido de sólidos totales (principalmente glucosa y fructosa) es imposible de deshidratar por sí misma, por lo cual se utilizan materiales encapsulantes, la microencapsulación se define como un conjunto de procedimientos que permiten rodear partículas sólidas, gotas líquidas o burbujas de gas con una envoltura sólida, selladas que pueden liberar su contenido a velocidades controladas bajo condiciones específicas (González y Martínez, 2015).

En la presente investigación se busca la determinación de las condiciones de operación en el secado por aspersion de la miel, su relación directa con los agentes encapsulantes y sus efectos en las características del producto deshidratado.

## 1.2 Justificación

Debido a la gran variedad de propiedades que tiene la miel, se ha utilizado en diversas industrias, tales como la alimenticia en la cual debido a la creciente demanda de productos orgánicos, nutricionales y de bajo contenido calórico se ha utilizado como complementos alimenticios, base para dietas de deportistas de alto rendimiento, como alternativa para endulzante de bebidas, elaboración de panes, por mencionar algunos; también se requiere miel acondicionada para aplicaciones en la industria cosmética en donde las cremas, jabones, mascarillas y tratamientos antioxidantes tienen una parte fundamental en su preparación; la industria farmacéutica desarrolla diferentes productos para el tratamiento de molestias de la garganta y estudios recientes la aplicación de la miel como tratamiento secundario para la cicatrización.

Económicamente la deshidratación de la miel es una alternativa para comercializar materia prima y un producto terminado con un valor agregado al mejorar la facilidad para su almacenamiento y traslado, así como también al momento de ser utilizado en las diferentes aplicaciones de las industrias donde es requerida, como gastos por bombeo.

Tecnológicamente se busca integrar un encapsulante que permita obtener polvos de miel aumentando su temperatura de transición vítrea y permita obtener polvos de miel con las propiedades adecuadas para las aplicaciones deseadas.

Por último y no por esto menos importante, al aumentar la producción de miel como materia prima para el proceso se promueve la mejora de las condiciones apícolas y con ello los servicios ecosistémicos reduciendo la tendencia de una extinción de estos polinizadores.

### 1.3 Antecedentes

Aunque la historia de la apicultura tiene sus raíces en los primeros asentamientos humanos, también se sabe que la primera referencia escrita para la miel es una tablilla sumeriana, fechada entre los años 2100-2000 a.C. donde se menciona el uso de la miel como droga y como un ungüento. Por ello se afirma que la miel ha sido usada con propósitos médicos y nutricionales (Ulloa *et al.*, 2010). Por sus diferentes propiedades la miel se ha consolidado a través de la historia como un producto esencial, a pesar de ser difícil de manejar por su viscosidad y su alto contenido de sólidos totales, su cristalización y su posible fermentación.

Para la conservación de las propiedades de la miel y buscando reducir la problemática en su manejo y almacenamiento se han realizado estudios con diferentes procesos como el uso de nitrógeno líquido debido a su baja temperatura, de igual forma utilizando hielo seco y acetona; la miel que estaba dentro del cristizador se congeló en cuestión de minutos, sin embargo este producto no puede almacenarse a temperatura ambiente pues se volvería pegajoso y chicloso (Indiarto, 2012).

El secado por aspersion es un proceso que tiene sus inicios en el año de 1860 y se define como una operación básica que consiste en la transformación de una suspensión o disolución en un material seco particulado, mediante la atomización del primero en un medio caliente y seco (Mondragón *et al.*, 2013). Las características fisicoquímicas de la miel hacen imposible llevar a cabo este proceso con la miel por sí sola, debido a la presencia de azúcares, ácidos orgánicos, la baja temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de estos componentes y su viscosidad; por este motivo la ayuda de agentes encapsulantes modifican su  $t_g$  permitiendo a la miel ser sometida a altas temperaturas dentro de la cámara del secador (Samborska, Gajek y Kami, 2015).

Existe una gran variedad de agentes encapsulantes, sin embargo, la miel al contener una gran diversidad de aminoácidos y azúcares dificultan la compatibilidad con los materiales pared, por lo cual es muy importante conocer tanto las propiedades de la miel como las del material encapsulante, las reacciones entre ellos y la finalidad del producto para obtener propiedades óptimas en la regulación y su normatividad.

En los primeros intentos para el secado por aspersion de miel Hebbar, Rastogi y Subramanian (2008) utilizaron almidón (1.2 a 1.4 veces), la mezcla se diluyó con agua hasta 20-25% y luego sometida al secado por atomización a una temperatura de entrada de 140-150°C y una temperatura de salida de 90-95°C, el polvo de miel seco mostró una tendencia a la higroscopía cuando se exponía a aire, y por lo tanto, se envasó en papel de aluminio laminado. Se determinó que el contenido de miel en el producto final era inferior al 50% .

Yoshihide y Hideaki (1993) desarrollaron un proceso en el que los antioxidantes y dispersantes fueron agregados a la miel y el pH de la alimentación se mantuvo entre 6.5 y 7.5, la mezcla finalmente se secó por atomización a temperaturas de entrada de 120 y 200°C y con temperatura de salida de 70 y 120°C, se obtuvo un porcentaje de 50% de miel en relación a los sólidos totales contenidos (25%), sin embargo la baja concentración de sólidos hace más costosa la operación de secado.

Por otra parte Samborska, Gajek y Kami (2015) con la adición de maltodextrina (Md) y goma arábica (GA) deshidrataron miel con las siguientes condiciones de operación: temperatura de entrada de 180°C, velocidad de alimentación de 1 mL/s y velocidad de rotación de un disco atomizador de 39 000 rpm. Se produjo un mayor rendimiento de polvos de miel utilizando goma arábica (67% de sólidos) que con maltodextrina (50%), los polvos presentaron las siguientes propiedades físicas: bajo contenido de agua y fluidez de media a buena, sin embargo la higroscopicidad siguió siendo un problema. Se caracterizaron las propiedades de miel seca producidas con el uso de maltodextrina y dextrina como aditivos de secado, los obtenidos con la dextrina tenían una higroscopicidad más alta y una menor solubilidad que los producidos con maltodextrina (Samborska, Gajek y Kami, 2015).

Debido a esto resulta de gran relevancia la necesidad de utilizar un agente encapsulante de bajo costo, alto peso molecular que permita el aumento de la  $T_g$  de la miel y que reduzca la higroscopicidad del polvo final permitiendo aumentar su vida de almacén y facilite su manejo en los diferentes procesos en los que se demanda esta miel acondicionada.

Otros trabajos con goma arábica en el secado de miel se han realizado variando la temperatura de entrada en un rango de (160–180°C), la velocidad de alimentación (0.08–0.13 mL/s), la concentración de goma arábica (35–45%), adicionando extracto de aonla (6-8%) y extracto de albahaca (6-8%). Una mayor temperatura del aire de entrada propiciaron una menor densidad aparente e higroscopicidad, mientras que la adición de aonla y extractos de albahaca condujeron a un mayor contenido total de fenoles, actividad antioxidantes y vitamina C que los encapsulados por goma arábica sola. Se obtuvo un deseable polvo de miel rico en nutrientes a la temperatura de entrada de 170°C, 0.11 mL/s de alimentación, 45% de goma arábica, 8% de extracto de aonla y 6% de extracto de albahaca, estos aditivos se adicionaron debido a las altas temperaturas a las que se llevo el secado, la higroscopicidad sin embargo aumenta significativamente al disminuir un 5% la concentración de goma arábica (Suhag y Nanda, 2016).

Taylor *et al.*, (2013) realizaron trabajos modificando la tensión superficial y la temperatura de transición vítrea. El contenido de humedad de los polvos, la actividad del agua, y la higroscopicidad fué influenciada por la adición de la proteína de suero de leche en comparación con los secados solamente con maltodextrina. La fracción sólida total de todas las soluciones de alimentación preparadas para el secado por pulverización se fijó al 10%, a temperaturas de entrada y salida de aire de secado de 150 y 85°C, respectivamente. Se recuperó polvo al agregar MD y WPI solo en miel:MD relación de 40/60 o en la relación Miel:WPI de 70/30. Sin embargo la adición de una pequeña cantidad de WPI (tan bajo como 0.5% p/p) a MD redujo la cantidad de material pared necesaria para secar. No obstante, estas muestras presentan el fenómeno de apelmazamiento y no mantienen su fluidez cuando se almacenan por un tiempo mayor a 15 días.

Obtener una leche en polvo enriquecida con miel, ha sido un reto tecnológico para la elaboración de algunos productos artesanales que se han llevado a cantidades industriales en algunos países, Bansal, Sharma & Nanda (2013) obtuvieron con temperaturas de entrada entre 180 y 200°C, concentraciones de miel entre 5 y 15%, un flujo en co-corriente de 1.05 mL/s y un contenido de sólidos menor al 12% leche en polvo enriquecida con las características deseadas en cuanto a sus niveles de actividad antioxidante, componentes fenólicos, flavonoides y solubilidad.

La dificultad de deshidratar la miel se refleja en los escasos trabajos relacionados, por lo cual se realizó una investigación en trabajos realizados en secado por aspersión de fluidos con alto contenidos de azúcares, materiales con bajas temperaturas de transición vítrea y sustancias termosibles.

Un ejemplo de ello es el estudio de los efectos de tres variables en el secado de calabaza quien contiene altos niveles de glúcidos: celulosa (0-1%), maltodextrina (15-30%) y temperatura de entrada (150-190°C). El efecto de la concentración de la celulosa sobre las características del polvo de calabaza fue significativamente positivo en el rendimiento del proceso, disminuyendo la pegajosidad. Por otra parte el principal efecto de la maltodextrina fue sobre la adherencia, la cual se redujo. La maltodextrina tuvo un efecto significativamente negativo sobre la pegajosidad al utilizarlo con la celulosa, también redujo el impacto de la temperatura de entrada sobre la adherencia. (Shavakhi *et al.*, 2012).

Los estudios realizados en la encapsulación de materiales termosensibles como el acetato de 2-metilbutilo (compuesto aromatizante soluble en agua de fresa) determinó la distribución del tamaño de partícula, la temperatura de transición vítrea (Tg), la morfología de las cápsulas y la velocidad de liberación de ellas. Los resultados mostraron que la adición de 0.5% p/p de goma a las soluciones de maltodextrina (14.5% p/p) puede aumentar la viscosidad y la Tg hasta una temperatura que permitió la recuperación de polvo y la disminución de la adherencia en la cámara

del secador. También la goma tuvo un efecto en la reducción de defectos físicos de las microcápsulas y eliminó fracturas significativamente.

De igual forma se demostró que la velocidad de liberación de acetato de 2-metilbutilo disminuyó al incorporar goma de tragacanto como material pared (Saffari *et al.*, 2005). Debido a esto se realizó una prueba agregando goma de tragacanto a una mezcla de maltodextrina en la miel tomando como referencia lo anterior sin éxito.

La sensibilidad térmica de la miel también es propia de los aceites esenciales, los cuales son susceptibles a degradación química, física y/o biológica. Gómez, López, Palou (2017) microencapsularon aceite esencial de canela, empleando mezclas de maltodextrina-inulina y maltodextrina-quitosano como agentes encapsulantes y variando la cantidad de fase oleosa (2.5% y 5%), los resultados muestran una alta eficiencia de encapsulación, no se observó efecto significativo ( $p > 0.05$ ) de la variación de la fase oleosa en los parámetros evaluados.

La poca compatibilidad de la miel con algunos materiales encapsulantes ha llevado a realizar estudios enfocados a la optimización del proceso, realizando variaciones en la temperatura de entrada y salida, flujo de alimentación y velocidad de rotación del aspersor. Dentro de estas condiciones se abordan de manera general, por lo que se planteó el efecto de la temperatura de entrada (160-180°C), velocidad de alimentación (0.08-0.13 mL/s), concentración de goma arábiga (35-45%), dando como resultado que las temperaturas del aire de entrada más altas condujeron a una menor densidad aparente e higroscopicidad, mientras que la adición de extractos de albahaca condujo a un contenido más elevado de fenoles, actividad antioxidante y vitamina C que las que se encapsularon con goma arábiga. (Suhag y Nanda, 2016).



## **1.4 Objetivos**

### **1.4.1 Objetivo general**

Obtener un polvo de miel utilizando el proceso de sacado por aspersión y agentes encapsulantes evaluando el efecto de tres factores (temperatura de entrada, mezcla de encapsulantes y proporción en la mezcla de encapsulantes) sobre sus propiedades fisicoquímicas.

### **1.4.2 Objetivos específicos**

- 1.- Evaluación de agentes encapsulantes capaces de mejorar las propiedades fisicoquímicas y de manejo de los polvos hasta ahora reportadas.
- 2.- Determinación de las condiciones para el proceso de secado por aspersión de la miel que permita disminuir los riesgos por el contenido de HMF y mejore las propiedades hasta ahora reportadas.
- 3.- Evaluación de los efectos de la temperatura de entrada, la mezcla de encapsulantes y la proporción de estos en el contenido de humedad, rendimiento, solubilidad, densidad, fluidez, morfología, color, 5-hidroximetilfurfural, contenido de azúcares y proteínas en los polvos.

## Capítulo 2 Marco referencial

### 2.1 La miel

Se entiende por miel a la sustancia producida por abejas obreras a partir del néctar de las flores o de secreciones de partes vivas de las plantas o de excreciones de insectos succionadores de plantas que quedan sobre partes vivas de plantas, que las abejas recogen, transforman y combinan con sustancias específicas propias, almacenan y dejan en el panal para que madure y añeje (Norma del Codex para la Miel: Codex stan 12-1981, rev. 1997). El néctar lo transforman de una sustancia líquida ligera y perecedera, en una más estable, rica en carbohidratos, cuya composición depende de las especies de las plantas de las que se haya tomado; así como el tipo y la química del suelo, el clima y el manejo apícola. Se clasifica en florales, uniflorales o multiflorales y de mielada, obtenida de la secreción de partes extra florales.

#### 2.1.1 Propiedades químicas de la miel

La miel madura tiene normalmente un contenido de humedad por debajo del 18.5% bh, cuando se excede de este nivel, es susceptible a fermentar, particularmente cuando la cantidad de levaduras osmofílicas es alta, el agua en la miel influye en su viscosidad, peso específico y color. Las abejas añaden enzimas a fin de lograr el proceso de maduración del néctar a miel y éstas son en gran parte las responsables de la complejidad composicional y del proceso involucrado en la conversión de los tres azúcares básicos del néctar a por lo menos 25 azúcares adicionales de gran complejidad, algunos de ellos se presentan en la tabla 1.

La enzima más importante de la miel es la  $\alpha$ -glucosidasa, también se conoce como invertasa o sucrasa y convierte el disacárido sacarosa de la miel en sus constituyentes monosacáridos fructosa y glucosa; la catalasa, responsable de convertir el peróxido de hidrógeno a oxígeno y agua, tiende a tener propiedades antibacterianas bajas; la ácido fosfatasa, que degrada el almidón (Lazo y Eduardo, 2002). La cantidad de proteínas de la miel, es de 0.38 g por cada 100 g. Las proteínas que tiene la miel, se usan en nuestro organismo para crear nuevas proteínas, responsables de construir tejidos, como los de nuestra masa muscular y regular los fluidos del organismo entre otras funciones, están formadas por aminoácidos como ácido aspártico, ácido glucónico, alanina, etc.

Son varios los ácidos orgánicos que están presentes en la miel, aunque el que predomina es el ácido glucónico, el cual se origina de la glucosa a través de la acción de la enzima glucosa oxidasa, el efecto combinado de su acidez y el peróxido de hidrógeno ayudan a la conservación de la miel debido al bajo pH (3.5 a 5.5) de la miel y de la excelente estabilidad de la misma (Ulloa *et al.*, 2010).

*Tabla 1 Azúcares en la miel*

Monosacáridos	Disacáridos	Trisacáridos	Sacáridos complejos
Fructosa	Gentibiosa	Centosa	Isomaltopentosa
Glucosa	Isomaltosa	Eriosa	Isomaltotetraosa
	Maltosa	Isomaltotriosa	
	Nigerosa	Panosa	
	Sacarosa	Isopanosa	
	Turalosa	Laminaritriosa	

Los carbohidratos se clasifican en monosacáridos, disacáridos, oligosacáridos y polisacáridos. Los monosacáridos, son los glúcidos más simples (no pueden ser hidrolizados a glúcidos más pequeños), están formados por una sola molécula, tal es el caso de la ribosa, fructosa y glucosa, siendo esta última la principal fuente de energía para los seres humanos, es un sólido neutro, incoloro, soluble en agua dando soluciones viscosas que cristalizan con dificultad, poco soluble en alcohol e insoluble en general en éter, acetona y solventes no polares.

Los disacáridos son glúcidos formados por dos moléculas de monosacáridos, por tanto, al hidrolizarse producen dos monosacáridos libres. Los dos monosacáridos se unen mediante un enlace covalente conocido como enlace glucosídico. Algunos disacáridos comunes son: sacarosa, el cual es el disacárido más abundante y la principal forma en la cual los glúcidos son transportados en las plantas; está compuesto de una molécula de glucosa y una molécula de fructosa.

La lactosa es el azúcar de la leche y es un disacárido compuesto por una molécula de galactosa y una molécula de glucosa. La maltosa está formado por dos moléculas de glucosa unidas, se obtiene de la hidrólisis del almidón.

Los azúcares no solo determinan el sabor de la miel, su deshidratación forma el 5-hidroximetilfurfural o HMF, este compuesto no está presente ni en el polen ni en la miel fresca, por lo que no es una propiedad intrínseca; se le considera uno de los productos de degradación más utilizado como indicador de calidad ya que su concentración aumenta con el tiempo provocando a su vez un cambio en el aroma de la miel quien depende de los ácidos y aminoácidos que contenga.

El HMF es un aldehído y un furano que naturalmente se forma como intermedio en reacciones de Millard, por su composición química el grupo alcoholico puede someterse a reacciones de esterificación, deshidratación, oxidación y halogenación, mientras que el grupo aldehído puede sufrir reacciones como reducción, descarbonización y aminación reductiva. Además, la estructura del anillo se presta a reacciones tales como halogenación, nitración, sulfonación y cicloadición Diels-Alder, por lo que brinda una variedad de compuestos como el ácido 5-hidroximetil-furoico, 2, 5-ácido dicarboxílico, 2, 5-bis hidroximetilfurano, ácido 2, 5-furandicarboxílico, 2, 5-furandicarboxyaldehído, alcohol furfúrico, ácido fórmico y piridinas; los derivados de ciclopentenona y tiofeno se pueden preparar utilizando HMF como intermediario.

Para que la reacción de Maillard tenga lugar, son necesarios un azúcar reductor (cetosa o aldosa) y un grupo amino libre, proveniente de un aminoácido o una proteína; la deshidratación de hexosas puede ser catalizada por ácidos orgánicos, como el ácido levulínico y el ácido fórmico, quienes son formados en el transcurso de la reacción. El proceso es acelerado en medio alcalino, ya que en medio ácido el grupo amino estaría protonado consecuentemente dejaría de ser nucleófilo.

El HMF se puede incrementar durante los tratamientos térmicos, sin embargo, en medios ácidos el HMF puede formarse incluso a baja temperaturas lo que explica el incremento gradual durante el almacenamiento con el uso de recipientes metálicos, también sus propiedades fisicoquímicas ,pH, el origen floral y el estrés térmico al que se somete el producto en la colmena, influyen directamente en la formación de HMF durante el almacenamiento.

Este compuesto debe ser monitoreado por su potencial carcinogénico, algunos estudios han demostrado que este metabolito se puede convertir *in vivo* a 5 sulfoximetilfurfural (SMF), un compuesto genotóxico. Además, en altas concentraciones, el HMF es citotóxico, causando irritación en los ojos, tracto respiratorio superior, piel y membranas mucosas (Oliveira *et al.*, 2012), por esta razón, el Codex Alimentarius y la Comisión Europea han establecido un nivel máximo de HMF para la miel de 80 mg / Kg.

### 2.1.2 Propiedades físicas de la miel

El sabor de la miel es particularmente dulce, debido a los glúcidos quienes son su mayor constituyente (aproximadamente el 95 % de los sólidos totales) principalmente fructosa y glucosa (60% - 85%) y a quienes se les atribuye la mayor parte de sus propiedades, como lo son su viscosidad, la cristalización y la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), la cual se define como la temperatura en donde existe un cambio del estado cristalino al viscoso.

Por otra parte se conoce como temperatura de cristalización ( $T_c$ ) cuando las moléculas pueden obtener suficiente libertad de movimiento para disponerse por sí mismas en una forma cristalina, el termino cristalino se refiere a cualquier líquido super-enfriado cuya viscosidad es mayor a  $10^{13} Pa \cdot s$  debido a que con esta viscosidad el fluido es capaz de soportar su propio peso; por debajo de la  $T_g$  el material se comporta como un sólido, por encima, la viscosidad del material rápidamente disminuye con el aumento de la temperatura. Esta reducción de la viscosidad favorece la formación de puentes entre partículas que conducen a una disminución en la fluidez del polvo; la temperatura de transición vitrea permite predecir las condiciones de secado, aglomeración, almacenamiento y a evitar algunos problemás relacionados con el alto contenido de azúcares.

La pegajosidad se presenta formando un reboque en la cámara de secador y se atribuye al punto de pegajocidad, que es definido como la temperatura a la cual la fuerza requerida para agitar un polvo incrementa fuertemente ( $T_s$ ), este punto disminuye con el incremento de la humedad; dado que que la viscosidad de los azúcares disminuyen rapidamente arriba de la  $T_g$ , la pegajosidad esta relacionada con la diferencia de temperaturas entre el producto y su  $T_g$ .

El colapso es otro problema asociado al secado por aspersion de productos ricos en azúcares, es dependiente del tiempo de secado, la temperatura y el contenido de humedad que resulta en una perdida de estructura y perdida de volumen de muestra.

El apelmazamiento es el porcentaje de material retenido en una malla de 2 mm despues de ser tamizado por 5 min y se debe al flujo impulsado por la tension superficial, lo cual sucede cuando la viscosidad desminuye de su  $T_g$  hasta su  $T_s$ , aun teniendo una humedad constante en los polvos, esta puede variar por la humedad relativa, incrementando drasticamente cuando aumenta la temperatura de almacenamiento.

Otros cambios en los polvos ligados a la Tg son presentados en la tabla 2 a forma de resumen.

*Tabla 2 Propiedades afectadas por la Tg*

Proceso fisicoquímico	Observado sobre
Cohesividad, aglomeración y apelmazamiento	Tc
Cristalización en polvos amorfos	Tc
Colapso estructural	Tc
Actividad enzimática en sólidos amorfos	Tg
Obscurecimiento por reacción de Millard	Tg
Pegajosidad	Ts
Inversión de sacarosa	Tg

Sin embargo, la Tg no es una constante, varía con el contenido de agua, así como con la historia previa del material en términos de velocidad de enfriamiento y envejecimiento; para moléculas de bajo peso molecular la Tg es medida con una técnica termoanalítica conocida como DSC (Differential Scanning Calorimetry) en la que la diferencia de calor entre una muestra y una referencia es medida como una función de la temperatura o el tiempo, una transición de fases genera una diferencia de temperaturas entre la muestra y la referencia con lo que se calcula la energía suministrada (heat flux DSC), también mide la cantidad de energía aplicada a la muestra y a la referencia para mantener una temperatura de muestra igual a la de la sustancia de referencia (powder compensated DSC).

La muestra de referencia deberá tener una capacidad calorífica bien definida en el intervalo de temperaturas en que vaya a tener lugar el barrido, ya que cuando la muestra experimenta una transformación física tal como una transición de fase, se necesitará que fluya calor hacia la muestra para mantenerla a la misma temperatura de la muestra.

El que fluya mayor o menor cantidad de calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico. Para representar lo anterior se elabora una curva de flujo calorífico contra temperatura o contra tiempo. Existen dos convenciones diferentes al representar los efectos térmicos: las reacciones exotérmicas que exhibe la muestra pueden ser mostradas como picos positivos o negativos, estas curvas pueden ser utilizados para calcular entalpías de transiciones.

La mayoría de los aditivos alimenticios son solubles en agua e incrementan su Tg al aumentar su peso molecular; valores de interés reportados son: 10°C (fructosa) y 36°C (glucosa), para la miel polaca multifloral oscila entre -50.7°C y -37.2°C (contenido de humedad 17.7% bs), en el caso de la miel multifloral griega (contenido de humedad 14.1% bs), y entre -33.6 y -51.1°C en la miel de néctar de la India de diferentes especies de plantas (sólidos totales de 76 a 88% bs) (Samborska, Gajek y Kami, 2015), el agua tiene una temperatura de transición vítrea reportada de -135°C por lo que al agregar agua a nuestra solución se conduce a un aumento de la movilidad molecular y por lo tanto a una disminución de la temperatura de transición vítrea, dicho proceso es impulsado por la tensión superficial y / o una fuerza externa, el cierre del espacio entre las partículas reduce la energía superficial específica libre del sistema lo cual lleva a la formación de un puente de sinterización quien dependerá de la movilidad molecular, que está vinculada a la viscosidad del material, que a su vez está relacionado con la diferencia entre la temperatura del material y su temperatura de transición vítrea. Una vez que se forman los puentes entre partículas, la cohesión de las partículas aumenta, lo que lleva al apelmazamiento (Descamps et al., 2013).

Debido a lo anterior el cálculo de una temperatura de transición vítrea teórica, nos ayuda a prevenir o predecir algunas características deseadas en nuestros polvos, para esto se han modelado ecuaciones, siendo las más aceptadas la ecuación de Gordon-Taylor (Ec. 1) y la ecuación propuesta por Couchman-Karasz (Ec. 2), la primera de ellas utilizada para mezclas binarias y la segunda para ternarias.

$$Tg = \frac{x_1 Tg_1 + k_2 Tg_2}{x_1 + kx_2} \quad \text{Ec. 1}$$

$$Tg = \frac{x_1 Tg_1 + x_2 k_{12} Tg_2 + x_3 k_{13} Tg_3}{x_1 + x_2 k_{12} + x_3 k_{13}} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde:

$x_i$  = fracción del componente

$Tg_i$  = Tg de cada componente

$k_i$  = constante empírica

El color varía de extra claras hasta inclusive casi negras, la fuente floral, además de otros compuestos como los pigmentos de origen vegetal: los carotenos, taninos y derivados de la clorofila influyen en esta característica. Hay indicios de que el color de la miel podría desempeñar algunos papeles importantes en la clasificación de diferentes muestras; la correlación entre el color de las muestras de miel frente a su pH, fenoles y azúcares sugieren que las mieles más oscuras pueden tener un pH más alto, fenoles, actividades antioxidantes pero menor cantidad de azúcares que las mieles más ligeras.

El contenido de flavonoides de las muestras de miel contra la carga microbiana y la reducción del contenido de azúcar de las muestras de miel *versus* la carga de los hongos sugieren que el contenido de flavonoides en la miel puede tener mayor acción antimicrobiana que el pH o el contenido fenólico de la miel, mientras que la reducción del contenido de azúcar de la miel puede tener una mayor acción antifúngica que los flavonoides, el pH o el contenido fenólico de la miel (Polytechnic y State, sin fecha).

El color corresponde a una percepción e interpretación subjetiva, un método para expresarlo es el espacio de color; la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), organización considerada como la autoridad en la ciencia de la luz, evalúa el color de un objeto utilizando  $L^*a^*b^*$  o CIELAB, el cual correlaciona los valores numéricos de color consistentemente con la percepción visual humana; cuando se clasifican los colores, se les puede expresar en términos de matiz (color), luminosidad (brillo) y saturación (vividez). Esta escala fué modelada en base a una teoría de color oponente que establece que dos colores no pueden ser rojo y verde al mismo tiempo o amarillo y azul al mismo tiempo.  $L^*$  es la coordenada que referencia la luminosidad,  $a^*$  son las coordenadas que indican si es +a una tendencia al rojo y -a hacia el verde, mientras que la letra  $b^*$  indica en su extremo positivo el amarillo y en el negativo el azul. (Fig. 1). El conjunto  $a^* b^*$  recibe el nombre de cromaticidad y junto con  $L^*$  definen el color del objeto, esto corresponde al término de cromaticidad que no indica explícitamente ni el tono ni la saturación. Este inconveniente se soluciona definiendo  $C^*$  (croma) y  $H^*$  (tono) (Francis y Clydesdale, 1975).

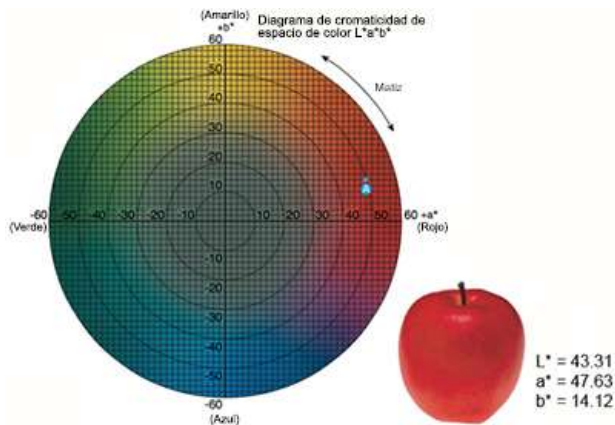


Fig. 1 Espacio de color



## 2.2 Calidad en la miel

La miel como se ha mencionado anteriormente es una solución sobresaturada de azúcares y en menor proporción, una mezcla compleja de enzimas, aminoácidos, ácidos orgánicos, minerales, sustancias aromáticas, pigmentos, cera y granos de polen. La Norma Mexicana NMX-F-036-1997, Alimentos-miel especificaciones y métodos de prueba (Tabla 3) establece los parámetros cuya importancia se describe brevemente a continuación:

**a) Contenido de azúcares.** El contenido de azúcares mínimo es de 63.88%. Esta cantidad puede variar, de acuerdo con el tipo de alimentación que recibe la colmena o, bien, si la cosecha fue prematura.

**b) Tipo de azúcares.** La calidad de la miel depende, en buena medida, de los azúcares contenidos en ella, es decir, estos deben corresponder a los de la miel y no a los del azúcar común (sacarosa). El perfil de carbohidratos determina la cantidad de fructosa, glucosa y sacarosa, ya que los azúcares típicos de la miel de abeja son los que le dan sus características organolépticas. La fructosa, que es la que predomina en la mayoría de las mieles, es ligeramente más dulce que la sacarosa y la glucosa.

**c) Contenido de agua (humedad).** Su presencia en exceso puede hacerla susceptible de fermentación. El contenido de humedad es atribuible a ciertos factores ambientales; el agua presente en el néctar influye también en la viscosidad y color, lo que afecta, a su vez, las propiedades organolépticas y de conservación.

**d) Cenizas (minerales).** Esta medida se relaciona con problemas de higiene (tierra y arena). La miel adulterada con melaza también puede presentar un alto porcentaje de cenizas. No se admiten metales pesados que superen los máximos permitidos por los alimentos en general.

**e) Sólidos insolubles en agua.** La miel es sometida a un proceso de filtración para eliminar restos de insectos, granos de arena, trozos de panal, restos de cera, polvo y otros sólidos insolubles, un valor que supere el máximo de sólidos insolubles puede deberse a un filtrado inadecuado y/o problemas de higiene.

**f) Acidez.** La acidez indica el grado de frescura de la miel. Se relaciona también con la probable fermentación por desarrollo de microorganismos. Este parámetro también es importante porque en el caso de haberse usado ácido láctico o fórmico para combatir la varroa la acidez de la miel aumenta. El sobrecalentamiento es otro factor que se refleja en un alto valor de este parámetro.

**g) Índice de diastasa - Hidroximetilfurfural (HMF).** Tanto la actividad diastásica como los valores de HMF indican el grado de frescura de una miel.

NMX-F-036-1997, Alimentos-miel especificaciones y métodos de prueba y con la NMX-F-312 en la que se determinan los reductores totales y directos.

*Tabla 3 Parámetros de calidad en miel bajo norma NMX-F-036-199.*

ESPECIFICACIONES	
Contenido aparente de azúcar reductor % (g/100g de azúcar invertido mínimo)	63.88
Contenido de sacarosa % (g/100g) max.	8
Contenido de glucosa % (g/100g) max.	38
Humedad %(g/100g) max.	20
Sólidos insolubles en agua %(g/100g) max.	0.3
Cenizas %(g/100g) max.	0.6
Acidez expresada como mili-equivalentes max.	40
HMF mg/kg max.	150
Dextrinas % (g/100g) max.	8

### 2.3 Características reportadas de la miel deshidratada

Los alimentos están compuestos por productos químicos y la mayoría de las materias primas utilizadas en la elaboración de los productos alimenticios son de origen biológico, por eso, es inevitable que ocurran ciertos cambios químicos o bioquímicos. La miel en polvo se produce al agregar agentes encapsulantes por lo que presenta a manera de resumen algunos parámetros reportados en trabajos previos en la tabla 4.

*Tabla 4 Propiedades reportadas de miel en polvo*

Autor	Material encapsulante	Propiedades reportadas
Katarzyna Samborska 2012	Goma arábica	Contenido de agua 7.1% - 7.3% Densidad aparente 0.49 g/cm <sup>3</sup> ; 0.54 g/cm <sup>3</sup> Razón de Hausner 1.29 - 1.24 Higroscopicidad 5.2; 6.3 HMF 12.4 a 23.3; 1.8 a 47
Katarzyna Samborska 2016	Goma arábica	Rendimiento 52.5% - 64.9% Contenido de agua 2.2% - 4.0% Densidad aparente 0.53 g/cm <sup>3</sup> ; 0.57 g/cm <sup>3</sup> Razón de Hausner 0.68 - 0.74
Yogita Suhag 2015	Maltodextrina Goma arábica Concentrado de suero de leche	Contenido de humedad 2.7% - 8.6% Densidad aparente 0.33 g/cm <sup>3</sup> – 0.55 g/cm <sup>3</sup> Razón de Hausner 1.05 - 1.29 Higroscopicidad 65-145 g/100g de polvo
Nurhadi, B 2016	Maltodextrina Goma arábica	Contenido de humedad 2.3% - 4.4% Fructosa 22.17% - 20.68% Glucosa 19.32% - 17.67% L 94.6 - 98.1; a -0.3 a -0.1; b -0.2 a 7.9 Higroscopicidad 13.2 – 20.3 HMF 22.7
Qilong Shi 2013	Proteína de suero de leche isolada Maltodextrina	Rendimiento 52.8% - 63.5% Contenido de agua 3.1% – 5% Densidad aparente 0.32 g/cm <sup>3</sup> – 0.52 g/cm <sup>3</sup>

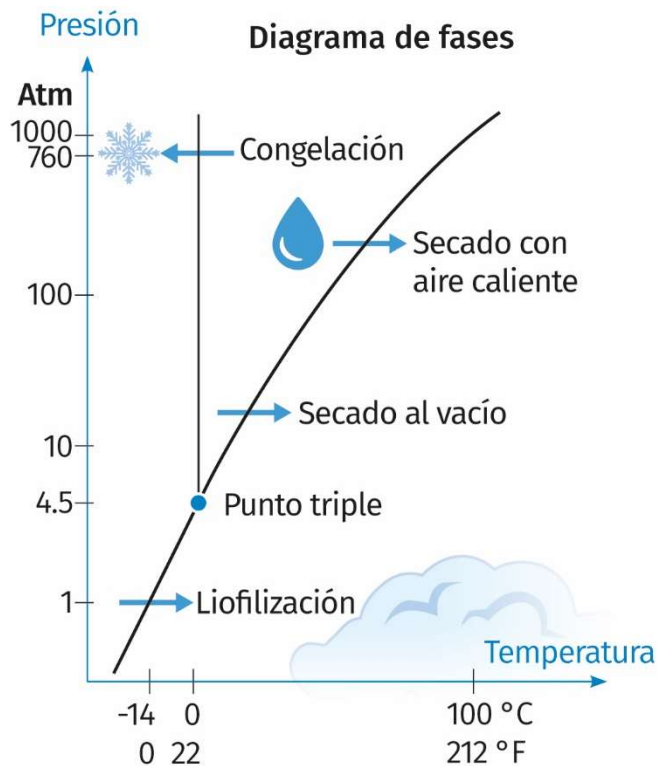
## 2.4 Proceso de secado

La operación de secado es una operación de transferencia de masa de contacto gas- sólido, donde la humedad contenida en el sólido se transfiere por evaporación hacia la fase gaseosa, en base a la diferencia entre la presión de vapor ejercida por el sólido húmedo y la presión parcial de vapor de la corriente gaseosa (UNAM, 2011).

En algunos casos, el agua se puede eliminar de los materiales sólidos por medios mecánicos, utilizando prensas, centrifugas y otros métodos. Esto resulta más económico que el secado por medios térmicos para la eliminación de agua. El secado, se usa también como técnica de preservación. Enzimas que causan cambios químicos además de los microorganismos que provocan la descomposición de los alimentos no pueden crecer y multiplicarse en ausencia de agua.

Los métodos y procesos de secado se clasifican de diferentes maneras; se dividen en procesos de lotes, cuando el material se introduce en el equipo de secado y el proceso se verifica por un periodo; o continuos, si el material se añade sin interrupción al equipo de secado y se obtiene material seco con régimen continuo.

Los procesos de secado se clasifican también de acuerdo con las condiciones físicas usadas para



adicionar calor y extraer vapor de agua: El calor se añade por contacto directo con aire caliente a presión atmosférica y el vapor de agua formado se elimina por medio del mismo aire.

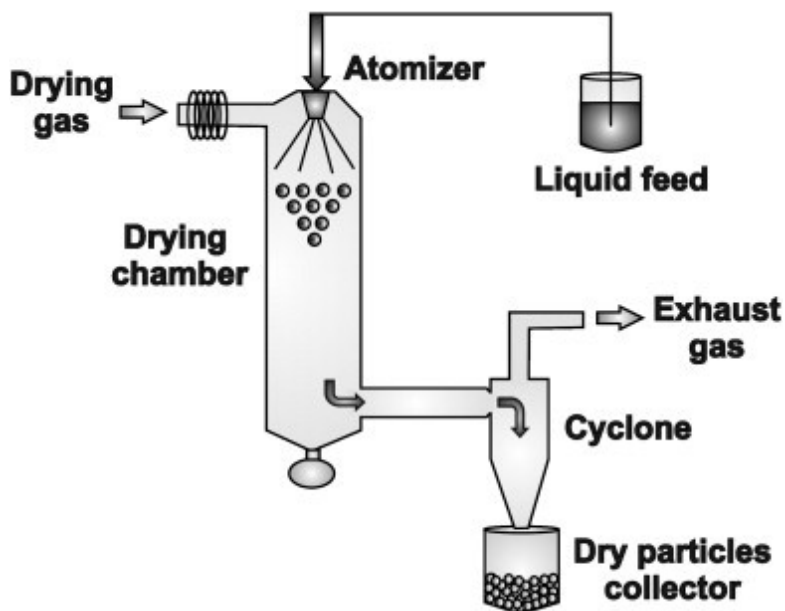
1. En el secado al vacío, la evaporación del agua se verifica con más rapidez a presiones bajas, y el calor se añade indirectamente por contacto con una pared metálica o por radiación (también pueden usarse bajas temperaturas con vacío para ciertos materiales que se decoloran o se descomponen a temperaturas altas).

### 2.4.1 Secado por aspersión

La operación de secado por aspersión consiste en la transformación de una alimentación en estado líquido a un producto sólido y seco, esto se logra gracias a la atomización, la cual es la dispersión del fluido por medio de la energía entregada, transformándola en pequeñas gotas dentro de un rango de tamaños que depende del tipo de atomizador debe producir una nube de líquido con alta relación superficie-mása.

Existen 3 principales tipos de atomizadores: Atomizadores rotatorios, boquillas a presión y boquillas neumáticas; en el atomizador rotatorio, el fluido es alimentado en el centro del disco rotatorio, se mueve al borde del disco por acción de la fuerza centrífuga y ahí es desintegrado en gotas, la distribución de estas puede ser controlada combinando la velocidad de rotación o el flujo de alimentación.

El fluido dispersado (atomizado) se pone en contacto con el aire caliente, que puede circular en co-corriente en donde el flujo de alimentación y el aire caliente viajan en la misma dirección o en contracorriente en donde se mueven en direcciones contrarias en la cámara de secado. De manera general se puede resumir el proceso por medio del diagrama presentado en la fig 2.



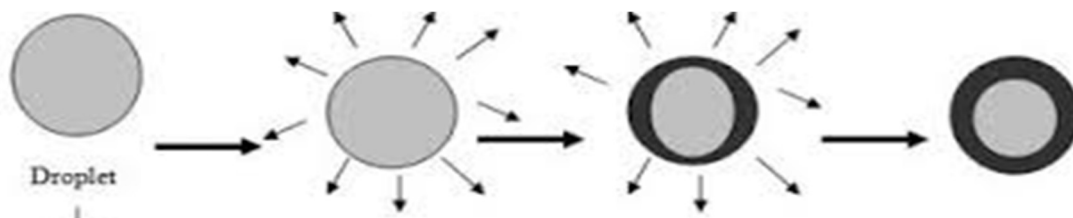
*Fig. 2 Proceso de secado por aspersión*

Dentro de la secuencia del secado, una gota pasa por dos etapas, la primera de evaporación constante en la cual la gota experimenta un aumento de calor sensible hasta la temperatura húmeda correspondiente a la temperatura del aire de secado; el líquido se desplaza desde el interior de la gota lo suficientemente rápido como para mantener la superficie saturada de humedad, como consecuencia, la evaporación de líquido se produce en la superficie y la tasa de evaporación iguala a la de una gota formada por líquido puro. Es en esta fase que se produce la contracción de la gota, cuyo diámetro al cuadrado varía de forma lineal con el tiempo, la velocidad de secado permanece constante y su valor es el máximo alcanzado en todo el proceso.

Al momento en que ocurre el contacto de las gotas de líquido con el aire caliente, se establece el balance de temperatura y presión parcial de vapor entre las fases líquido y gas. Por lo tanto la transferencia de calor se lleva a cabo del aire hacia el producto como resultado de la diferencia de temperatura mientras que la transferencia de agua se lleva a cabo en sentido opuesto debido a la diferencia de la presión de vapor esto se define como la temperatura de bulbo húmedo de aire de secado (Mondragón *et al.*, 2013).

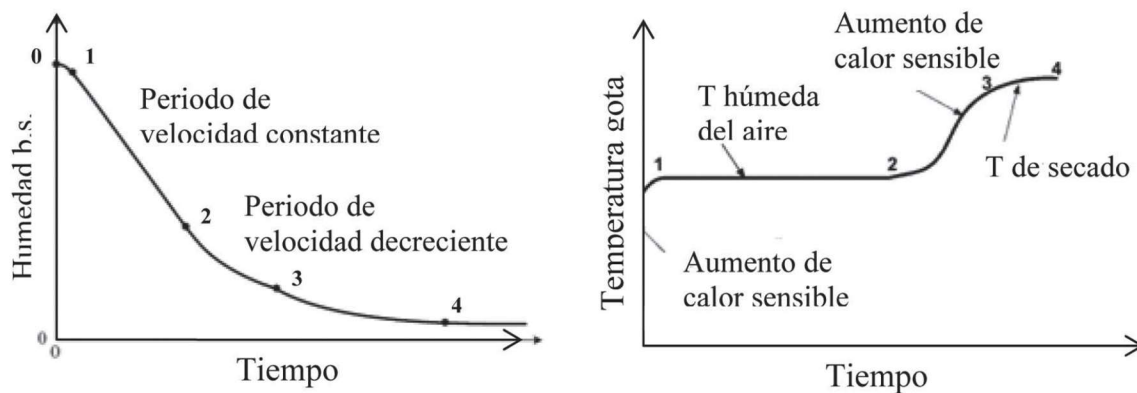
En un determinado momento, se alcanza la humedad crítica en la que la migración de líquido ya no es capaz de mantener la superficie saturada y da inicio a la segunda etapa que comprende el decaimiento de la evaporación. Las partículas primarias forman una costra de aglomerados sumergida en el líquido, posteriormente, la costra aflora a la superficie de la gota y se transforma en una costra seca, determinando el diámetro final del gránulo que deja de contraer.

La gota puede considerarse como un gránulo húmedo de diámetro constante formado por dos zonas: la costra sólida de estructura porosa, y el núcleo húmedo formado por líquido y sólido. La costra formada genera una resistencia adicional a la evaporación del líquido. A medida que transcurre el proceso y el espesor de la costra aumenta, disminuye la velocidad de secado. Al formarse la costra y dejar la superficie de estar saturada de humedad, la temperatura del gránulo dejará de ser igual a la temperatura húmeda del aire y aumentará progresivamente hasta alcanzar la temperatura y el porcentaje de humedad deseado, esto se observa paso a paso en la Fig. 3.



*Fig. 3 Etapas de una gota secada por aspersión*

El grado de secado alcanzado por la partícula depende: del tiempo expuesto al medio caliente, de la temperatura final, la humedad de este medio y del tamaño de partícula. Estas características pueden ser presentadas en las curvas del secado *versus* humedad, así como la evaporación de una gota de sólidos disueltos. A continuación se presenta de manera gráfica las etapas antes mencionadas.



*Fig. 4 Etapas en el secado por aspersión*

El tamaño de gota del fluido que sale del aspersor es de gran importancia debido a su influencia en el tiempo de deshidratación, tamaño de la cámara, las características físicas y la capacidad de rehidratación del polvo; y aunque nunca son por completo homogéneos se toma una forma esférica como referencia. En aspersores centrífugos la gota varía directamente proporcional a la velocidad de alimentación y la viscosidad del fluido e inversamente proporcional a la velocidad de rotación y a la velocidad periférica del disco (Ángeles, 2009). Se debe procurar homogeneidad en la solución a alimentar para evitar que las partículas grandes tengan una deshidratación insuficiente o el caso contrario en partículas pequeñas, asegurando de esta manera el uso eficiente de la cámara de deshidratación y del aire caliente, lo cual se refleja en costos de operación.

Para el secado de líquidos generalmente se utiliza el método de transferencia de calor por convección de partículas, en equipos tales como el secador por aspersión, por espuma, o de lecho fluidizado; para líquidos muy viscosos como las pastas se utiliza el método de transferencia de calor por conducción en el equipo de deshidratador de tambor.

Se ha elegido el método de secado por aspersión por sus diversas ventajas, dentro de las cuales sobresalen:

- Alto rendimiento, pues el proceso es muy rápido (algunos segundos).
- La evaporación del agua contenida refrigera la partícula permitiendo usar altas temperaturas de aire de secado sin afectar las cualidades del producto.
- Proceso continuo y constantemente controlado.
- Homogeneidad de la producción.

Dentro de la operación de secado por aspersión las condiciones en las que se opera el equipo ya sean controlables o no controlables determinan en gran medida las propiedades del polvo final, como ejemplo de variables no controlables se encuentran la humedad relativa que tiene un efecto directo en el rendimiento del proceso, por otro lado, variables como la temperatura de entrada y salida, velocidad del rotor y el flujo de alimentación son críticas para cada suspensión, en la tabla 5 se presentan las relaciones principales entre las variables y su efecto en las propiedades del producto.

*Tabla 5 Efecto de las variables en el secado por aspersión*

Incremento en variable	Incremento en factores	Decremento en factores
T in	Tasa de producción Contenido de humedad Tamaño de partícula	Densidad aparente
T out	Degradación térmica	Contenido de humedad
Flujo de alimentación	Tamaño de partícula	
Velocidad de atomización	Densidad aparente Uniformidad de la partícula	Tamaño de partícula Contenido de humedad Choques inter- partícula



## 2.5 Encapsulantes

El encapsulado es el revestimiento o atrapamiento de un material puro o una mezcla dentro de otro material, formando una cápsula cuyo tamaño aproximado varía de 5 a 300 micrones de diámetro. El material a proteger es generalmente un líquido, pero también puede ser un sólido o un gas, el cual es conocido como material núcleo, el material de revestimiento es llamado cápsula, material pared, membrana, acarreador (González y Martínez, 2015). El propósito es proteger su contenido contra el medio ambiente circundante, particularmente, humedad, pH y oxidación. En la industria de alimentos se emplea por las siguientes razones:

1. Reducir la reactividad del ingrediente activo con los factores ambientales.
2. Disminuir la tasa de transferencia del material núcleo al entorno exterior.
3. Promover un manejo más fácil del producto al modificar las características físicas del material original.
4. Enmascarar algún aroma o sabor indeseable del ingrediente activo.
5. Diluir el material núcleo cuando debe ser usado en pequeñas cantidades.

El acarreador afecta la estabilidad de las micropartículas, la eficiencia del proceso y el grado de protección del núcleo activo. Los materiales comúnmente usados son polímeros sintéticos, biomateriales tales como carbohidratos, grasas, ceras y proteínas de origen animal y vegetal. El concentrado de proteína de suero es la principal fuente de proteínas globulares utilizadas en la industria alimentaria, eso tiene una calidad nutricional sin igual y propiedades que son buscados en los aditivos de alimentos ricos en azúcares.

Los polisacáridos son almidones, maltodextrina, goma arábiga, pectina, quitosano y alginatos. Las principales ventajas de estos biopolímeros son su buena solubilidad en agua y su baja viscosidad a altas concentraciones, comparada con las proteínas. La inulina contiene polímeros de fructosa de varias longitudes, generalmente terminado por una sola unidad de glucosa. Además de la maltodextrina, la inulina puede proporcionar protección a los materiales centrales encapsulados, sin embargo, estos carbohidratos carecen de cualquier propiedad emulsionante por lo que deben usarse junto con otros encapsulantes que tengan esta característica. A menudo los carbohidratos se mezclan con proteínas para mejorar las propiedades de emulsificación y filmógenas durante el proceso.

### 2.5.1 Proteína de suero de leche

Las proteínas de lactosuero contribuyen a la solubilidad, emulsificación, y propiedades de gelificación; en los tratamientos térmicos, su habilidad de absorber e inmovilizar agua, puede ser incrementada por la desnaturalización térmica la cual conduce a la agregación y a una estructura porosa. Los concentrados de proteína de lactosuero (WPC) son elaborados por ultrafiltración que consiste de una membrana semipermeable, la cual selectivamente permite pasar materiales de bajo peso molecular como agua, iones y lactosa, mientras retiene materiales de peso molecular alto como la proteína. El retenido es así concentrado por evaporación y liofilizado (Zadow, 2003; Muñi *et al.*, 2005).

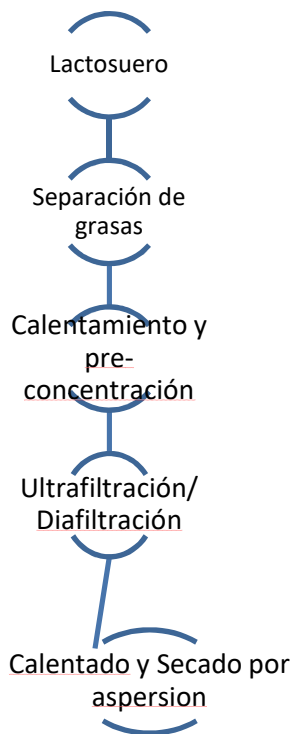


Fig. 5 Obtención WPC

En el secado por aspersion de alimentos con altos contenidos de azúcares como lo es la miel, la higroscopicidad y la adherencia en las paredes del secador son problemás recurrentes, una manera de resolverlos es modificar las propiedades de la tensión superficial de las gotas con pequeñas cantidades de proteínas (Bazaria y Kumar, 2016).

El grado de agregación y / o inactivación de proteínas durante y después del secado se puede minimizar incorporando algunos de los surfactantes de bajo peso molecular, dado que los surfactantes de bajo peso molecular (LMS) son más pequeños en tamaño en comparación con las proteínas, las primeras tienen ventajas cinéticas. ocupar la superficie de una gota inmediatamente después de la atomización.

El WPC tiene una Tg de 145.44°C, las partículas de proteínas migran preferentemente a la interfaz aire-agua de las soluciones de azúcar y forma una película, esta película se convierte en una piel vítrea cuando se somete a calor y aire seco, la piel resultante es capaz de superar la aglomeración, así como interacciones pegajosas de las partículas en la cámara de secado del secador por aspersion (Adolfo y Huertas, 2009).

### 2.5.2 Inulina

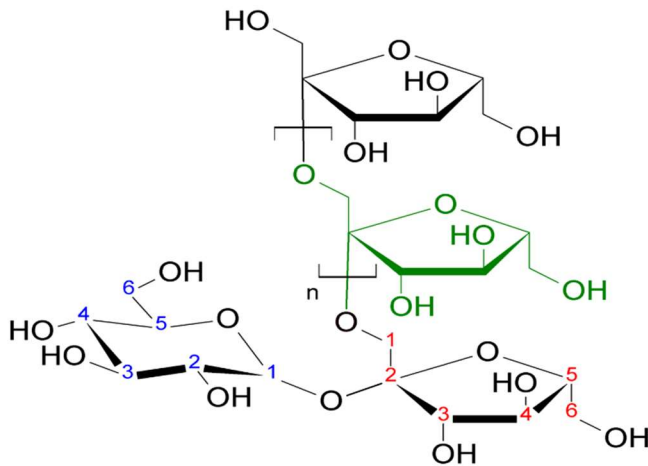


Fig. 6 Molécula de inulina

Las inulinas son polímeros compuestos principalmente por unidades de fructosa, unidas por enlaces  $\beta(2\rightarrow1)$  glicosídicos y poseen típicamente una glucosa terminal (Fig. 6). Se encuentran presentes en las plantas formadas usualmente por entre 60 y 100 unidades de fructosa con moléculas de glucosa en los extremos. Las cadenas más pequeñas son usualmente denominadas fructooligosacáridos, la más simple de las cuales es comúnmente denominada 1-cetosa y se encuentra formada por dos unidades de fructosa y una de glucosa (Apolinário *et al.*, 2014).

La inulina es un integrante de la fibra alimentaria, en particular de la llamada fibra soluble. Al ser moderadamente soluble en agua, tiene además la propiedad de formar gelatinas o geles que atrapan gran cantidad de agua. Los subproductos de metabolización de la inulina parece que aumentan el peristaltismo intestinal y facilitan la absorción de algunos elementos minerales (calcio, magnesio y fósforo), pero esta absorción mejorada disminuye con el tiempo. Estimula el crecimiento de la flora bacteriana benéfica, ya que atraviesa el estómago y el duodeno prácticamente sin sufrir cambios y alcanza el intestino delgado casi sin digerir; por lo que se encuentra a ese nivel, ampliamente disponible para ser metabolizado por la flora intestinal, promoviendo su asentamiento y desarrollo.

La inulina pura tiene un valor calórico de 1-2 kcal/g (inulina pura). El aporte calórico es indirecto y proviene de la fermentación del producto en el colon. Es apta para diabéticos, ya que al ingerirlos llegan casi en su totalidad al intestino grueso. No se hidroliza para convertirse en monosacáridos y por esta razón no tienen ninguna influencia sobre el nivel de glicemia y de insulina en sangre (I, y Julián-, sin fecha).

### 2.5.3 Clara de huevo

Está compuesta casi en 90% por agua. El resto son proteínas con vestigios de minerales, materia grasa, vitaminas y glucosa. La clara se puede considerar como un sistema proteico compuesto por fibras de ovomucina (proteína fibrosa) incluidas en una solución acuosa de numerosas proteínas globulares. Algunas de las proteínas contenidas en la clara son:

- Ovo-albumina; representa el 54% respecto al total de la clara, su resistencia al calor incrementa con el tiempo, es gelificante y coagula al calentarse a 80°C, estas propiedades son ideales para la tecnología de microencapsulado por las altas temperaturas a las que se somete el material.
- Ovo-transferrina; simboliza el 12%, secuestra o fija ciertos metales como el Cu, Zn, Al y en especial el Fe, coagula a los 60°C o al hacer espuma, lo que permite mantener minerales que se encuentran presentes en la miel.
- Ovo-mucoide; representa el 11% de la clara, inhibe la enzima digestiva del vacuno, pero no la humana, resiste al calor.
- Globulinas; forma el 8% y se encarga principalmente de la reparación de la cascara y las membranas, su característica es el de formar espuma fácilmente (Mondragón *et al.*, 2013).

Las proteínas del huevo contienen todos los aminoácidos esenciales y durante mucho tiempo se consideraron como proteínas de referencia para evaluar la calidad nutricional de las proteínas alimentarias. La ovoalbúmina cuenta con un pH de 7.4 y una masa molecular de 67000 daltons, diversos autores relacionan un alto peso molecular con una alta temperatura de transición vítrea necesaria para contrarrestar la baja Tg de la miel.

El albumen (fosfogluco proteína) tiene 4 posiciones de glicosilación por lo que es rica en cisteína, metionina y grupos sulfhidrilos; Las proteínas en la clara de huevo están débilmente unidas, al calentarse por encima de los 63°C, las moléculas se agitan y se unen formando un entramado que atrapa el agua convirtiéndola en sólida, esto sucede debido a que las proteínas desnaturalizadas se adsorben sobre la interfaz agua-aire, orientando sus zonas apolares hacia el interior de la burbuja, y sus zonas polares hacia la matriz acuosa, esto reduce drásticamente la tensión superficial de la burbuja. No existen trabajos relacionados con la clara de huevo u ovoalbúmina en el secado por aspersión.

## Capítulo 3 Metodología

### 3.1 Material de estudio

Se utilizó miel de abeja con origen multifloral de una cosecha orgánica de la especie *Apis Mellifera* colectada en la localidad de Putla de Guerrero, Oaxaca en la latitud 17°01'33"N y longitud 97°55'45"O, con un contenido de humedad de 18.5% ±0.2% bh.

Con el objetivo de mejorar las propiedades de los polvos de miel hasta ahora reportados se realizaron pruebas preliminares tomando como base trabajos relacionados con el secado de productos con altos contenidos de azúcares (Bhandari, Datta y Howes, 1997); en dichas pruebas se variaron la relación miel/encapsulante, las concentraciones de los aditivos y las variables de operación del secador por aspersión obteniendo resultados poco deseados como lo es el efecto "caramelo" alrededor de la cámara del secador, separación de materiales formando un "hilillo" en la parte superior de la cámara, sabores predominantes de los encapsulantes, apelmazamiento o baja recuperación (ANEXO 1).

Tomando como referencia las recomendaciones del manual de instrucciones del Mobil Minor Spray Dryer ajustando las concentraciones de las soluciones a alimentar a 40, 30 y 25% base seca (bs), obteniendo rendimientos de polvos de 56.4, 58.8 y 44.6% respectivamente. Las propiedades de fluidez y apelmazamiento a una semana de ser microencapsulados fueron mejores en las muestras con 30% de sólidos (ANEXO 2).

Debido a lo anterior se decidió que el WPC conformaría un 60 o 70% de la mezcla de encapsulantes complementándose con albumina o inulina dependiendo el tratamiento.

Posteriormente se determinó la concentración de sólidos totales óptimos en la solución de alimentación con el fin de incrementar la recuperación de los polvos en el proceso sin afectar otras propiedades como la aglomeración, morfología o fluidez

### 3.1.1 Preparación de las soluciones

Concentrado de proteína de suero de leche (WPC, CYTECSA, México), inulina (INL, CYTECSA, México) y claras de huevo (Alb, San Marcos, México) fueron usados como agentes encapsulantes. Se preparó una solución de 250 mL con un contenido total de sólidos de 30%, con una proporción miel/encapsulante 2:1 (p/p) que mediante pruebas preliminares se ha escogido como idónea y en donde la composición de los encapsulantes fue WPC/ALB y WPC/INL ambas combinaciones en relaciones 60/40 y 70/30. Para obtener dichas mezclas se pesó en una balanza 63 g de miel, a los cuales se adicionó dependiendo de la observación la cantidad de encapsulante presentada en la tabla 6, adicionando el agua a temperatura ambiente para obtener la concentración deseada, posteriormente se mezcló mediante un agitador mecánico a 300 rpm durante 10 min homogenizando la solución.

Las suspensiones se realizaron haciendo cálculos referentes a la concentración de sólidos totales, la relación miel encapsulante y relación encapsulante/encapsulante por medio de la ecuación 3:

1. Se define el porcentaje de sólidos que contendrá la suspensión (30%) y el volumen de la mezcla (250 ml).

$$\% \text{ sólidos} = \frac{\text{Masa de sólidos secos totales } (g_{ST})}{\text{Volumen de solución } (ml)} * 100 \quad \text{Ec. 3}$$

$$\text{Masa de sólidos secos totales } (gst) = 0.30 * 250 \text{ mL}$$

Despejando la variable de masa tenemos:  $g_{st} = 75 \text{ g}$  de sólidos secos, los cuales representan el 100% de los sólidos en la suspensión.

2. De los sólidos secos calculados en la Ec. 3 (75 g de sólidos secos) el 67% será miel y el 33% restante corresponde a la mezcla de encapsulantes, por lo cual:

$$\begin{aligned} 75 \text{ g ss} * 0.67 &= 50.25 \text{ g ss de miel} \\ 75 \text{ g ss} * 0.33 &= 24.75 \text{ g ss de encapsulantes} \end{aligned}$$

En 100 g de miel, 80 g son sólidos y el resto es agua por lo que se utilizó 62.81 g de miel, análogamente en 100 g de clara de huevo existen 10 g de sólidos por lo cual se realizaron los cálculos pertinentes para cada relación, a manera de ejemplo se utilizarán 20% de WPC y 13% de Alb lo cual representa una relación encapsulante/encapsulante (60/40).

$$24.75 \text{ g ss de encapsulantes} * 0.60 = 14.85 \text{ g ss de WPC}$$

$$24.75 \text{ g ss de encapsulantes} * 0.40 = 9.9 \text{ g ss de Alb}$$

Considerando lo anterior se utilizaron 97.5 g de clara de huevo, de la cual 9.9 g son sólidos secos y 87.75 g son agua. Debido a esto y por el ajuste que se hace a la suspensión del 30% de sólidos se agregan 74.69 g de agua.

### 3.1 Diseño experimental

SEsiguió con un modelo estadístico aleatorio factorial completo  $2^3$  para evaluar el efecto de la temperatura de entrada (110 Y 120°C), la relación encapsulante/encapsulante (WPC/ALB Y WPC/INL) y la concentración de los encapsulantes (60/40 y 70/30) en las propiedades físicas y químicas de los polvos de miel.

Los resultados fueron examinados mediante el análisis de varianza (ANOVA), las propiedades físicas y químicas con excepción de la morfología fueron evaluados por triplicado. Las variables respuesta que determinan la calidad del polvo final son: rendimiento, contenido de humedad, morfología, proteínas, azúcares, % HMF, higroscopicidad y la solubilidad. Otras condiciones de operación como la temperatura de salida, velocidad del rotor, flujo de alimentación, % de sólidos y los rpm a las que se agita la mezcla previa a ser alimentadas son definidas enseguida:

Temperatura de salida	65°C - 75°C
Velocidad del rotor	21000 RPM
Flujo de alimentación	0.35 mL/s
% de sólidos	30%
% miel en la solución	67%

En la tabla 6 se presentan las cantidades utilizadas para cada observación y el orden en el que se llevaran a cabo cada secado de manera aleatoria.

*Tabla 6 Cantidades utilizadas*

Tratamiento	Encapsulante (g)			Agua (mL)	Aleatorización	
	WPC	ALB	INL			
120 WPC60 ALB40	14.85	99	0	73.33	15	4
120 WPC70 INL30	17.32	0	7.42	162.43	12	7
120 WPC60 INL40	14.85	0	9.9	162.43	8	1
120 WPC70 ALB30	17.32	74.24	0	95.61	5	13
110 WPC 60 ALB40	14.85	99	0	73.33	9	14
110 WPC70 INL30	17.32	0	7.42	162.43	16	3
110 WPC60 INL40	14.85	0	9.9	162.43	10	6
110 WPC70 ALB30	17.32	74.24	0	95.61	11	2

### 3.2 Secado por aspersión

El encapsulado se llevó a cabo en el equipo Mobil Minor Spray Dryer (Niro, Copenhagen, Denmark) con un atomizador rotatorio (TS-Minor, M02/A) y una bomba peristáltica (Watson-Marlow 505S/RL).

Se prepararon la soluciones conforme a la tabla 6, agregando en primer lugar la miel, se adicionó poco a poco el WPC, seguido de la albumina y el ajuste con la cantidad necesaria de agua. En los tratamientos con INL, la inulina se mezcló poco a poco con la cantidad de agua requerida para el ajuste y se adicionó mezclandose lentamente con la miel mezclada con WPC.

La soluciones a alimentar con el contenido total de sólidos secos y las proporciones deseadas se mezclaron durante 10 min con ayuda de un agitador magnético a 500 rpm para posteriormente someterse al proceso de secado por aspersión; después de terminar el secado y de un descenso gradual de la temperatura, se procede a remover los polvos restantes de la cámara con un escobillón para posteriormente ser colectados con los polvos que ya se encuentran en el frasco a la salida del ciclón, el frasco es pesado y los polvos se transfieren a bolsas selladas para su almacenamiento en un desecador.



Tabla 7 Especificaciones del equipo Mobil Minor Spray Dryer

Cámara	Diámetro 800*620 mm/ cono 60°, hoja interior AISI316, revestimiento de acero
Sistema de salida	Diámetro del ciclón 140 CHE
Calentador	Calentador eléctrico- 7.5 kW
Equipo de atomización	Atomizador rotatorio, dirección neumática
Bomba	Bomba peristáltica ajustable. Consumo de 0.1 kW
Razón de secado a Temperatura de entrada de 200°C	80 kg/h
Máxima temperatura de entrada	350 °C (662°F)
Máxima temperatura de salida	248 °C (478°F)
Dimensiones L*b*H	1800*925*2200 mm
Peso del secador	280 kg

### 3.4 Propiedades físicas de los polvos

#### 3.4.1 Rendimiento de polvos

El rendimiento de polvos secos (Y) obtenidos se determinará de acuerdo a la Ec.4 bajo la norma AOAC de 1984:

$$Y = \frac{(PV_2 - PV_1) - X_{bh}(PV_2 - P_1)}{V_m S_T} \cdot 100 \quad \text{Ec. 4}$$

Donde:

$PV_2$ = Peso del vaso + el peso de los polvos en g

$PV_1$ = Peso del vaso en g

$S_T$ = Sólidos totales en g/L

$V_m$ = Volumen alimentado en L

$X_{bh}$ = Contenido de humedad del polvo en g de materia seca/L.

Y= Rendimiento de polvos en %

### 3.4.2 Solubilidad

La solubilidad (SD) o fracción másica de sólidos solubles respecto a los totales, se calculó a partir de la Ec. 5.

$$SD = \frac{SS}{ST} \text{ Ec. 5}$$

Se cuantifica, por una parte, el contenido de sólidos totales (ST) y por otra, los sólidos solubles (SS) de cada muestra rehidratada. Para ello se adicionó 1 g de muestra a 9 mL agua destilada en un vaso de precipitados a 20°C y bajo agitación magnética constante a 750 rpm (Dynac, Centrifugue) durante 5 min.

Para la determinación de los ST, una parte pesada del rehidratado se secó en estufa de vacío a 60°C y con presión <100mm Hg durante 24 hrs para obtener su peso seco. Para la determinación de los SS, otra parte de la muestra rehidratada fué pesada y centrifugada a 10 000 rpm durante 10 min a 4°C. Todo el sobrenadante obtenido se filtró con papel Whatman n°1 y todo el filtrado obtenido se secó en las mismas condiciones descritas para los ST.

### 3.4.3 Color

Para la determinación de este parámetro se utilizaró el espacio de color CIE Lab utilizando el equipo MiniScan EZ, el cual se calibra con cerámicas de calibración blanca y negra antes de realizar la prueba.

Al ser muestras sólidas las que se analizaron, se optó por la compactación del polvo en pastillas de aproximadamente 5 cm de diámetro y 1.5 cm de espesor, debajo de las muestras se colocó una hoja blanca, se prosigue a realizar los disparos, 3 por cada muestra y a realizar las anotaciones pertinentes, cuidando que la salida del obturador, no tenga entradas de luz, para lo cual se acondicionó esta salida con cinta adhesiva de color obscuro, minimizando así el error ocasionado por la luz del ambiente.

Los valores para chroma y tono se calculan a partir de las siguientes ecuaciones.

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{0.5} \text{ Ec. 6}$$

$$H = \arctg \left( \frac{b^*}{a^*} \right) \text{ Ec. 7}$$

La diferencia total de color ( $\Delta E$ ) o el cambio entre dos muestras fué calculado mediante la ecuación:

$$\Delta E = \sqrt{(L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2} \quad \text{Ec. 8}$$

Donde:

$L_0^*, a_0^*, b_0^*$  = Valores iniciales de parámetros antes del proceso de secado.

$L^*, a^*, b^*$  = Valores finales de parámetros después del proceso de secado.

#### **3.4.4 Morfología**

El tamaño de partícula y la morfología de las microcápsulas se analizarán por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM); el microscopio es de doble haz que trabaja una presión multivariable con emisor de campo marca FEI, modelo Quanta 3DFEG. Las muestras fueron colocadas sobre una cinta que conduce electricidad en una laminilla de acero y recubiertas con oro. El SEM fue operado a 3kV y una presión de 0.60 mbar a 3 niveles de acercamiento 250, 500 y 1000x.

#### **3.4.5 Temperatura de transición vítrea**

Esta prueba se realizó tanto para las mezclas de aditivos (se prepararon mezclas con las proporciones utilizadas en el secado), como a los polvos de miel secados por aspersión.

El equipo utilizado fue un Differential Scanning Calorimetry (DSC) el cual cuenta con la capacidad de modulación de temperatura con amplitud y selección de período y controladores duales de flujo másico con cambio de gas a través del control de software lo que permite utilizar la técnica MSDSC (compensación modulada).

El rango de temperatura utilizada fue de 40 a 200°C con una razón de calentamiento de 10°C/min. Los datos precisos y de alta calidad son procesados mediante la absorción de calor causada por la redistribución de los enlaces, esto se traduce en picos endotérmicos (requieren energía) apuntarán hacia arriba ya que el instrumento suministrara energía, caso contrario de los picos exotérmicos.

El software del equipo permite dividir el flujo de calor total suministrado al equipo en flujo de calor reversible e irreversible, lo cual facilita el estudio de las transiciones. La Tg y la temperatura de fusión o Tm se presentan en el flujo de calor reversible, mientras la temperatura de cristalización se analiza en el flujo irreversible.

Para la preparación de la muestra inicialmente se pesó la capsula con su tapa vacía, se taró y se agrego una cantidad de muestra entre 2.5 y 4 mg, esto con el proposito de evitar que con el calentamiento la celda se expanda y se abra; finalmente se selló la capsula con una prensa especial para este fin.

### 3.5 Propiedades de fluidez y de manejo de los polvos

#### 3.5.1 Densidad real y densidad aparente de los polvos

La densidad real se calculó utilizando el equipo Steropicnometro (Quantachrome). Previo a encender el equipo debe revisarse tanto el arreglo de válvulas como que se tenga una presión de entrada al equipo de 18 psi; al encender el equipo se debe dejar 15 min para estabilizar el steropicnometro, el cual fue calibrado con esferas metálicas dependiendo el tamaño de celda a utilizar. Una vez introducida una cantidad conocida de muestra en el equipo se introduce un flujo pequeño de  $0.050 \text{ kg}^f \cdot \text{cm}^{-2}$  y se continua con el procedimiento establecido en el manual de usuario. El volumen de los polvos ( $V_p$ ) se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$V_p = V_c + \frac{V_a}{1 - \frac{P_2}{P_3}} \text{ Ec. 9}$$

Donde:

$V_p$ = Volumen del polvo en  $\text{cm}^3$

$V_c$ = Volumen de celda vacía en  $\text{cm}^3$

$V_a$ = Volumen agregado en  $\text{cm}^3$

$P_2$ = Presión leída despues de presurisar la celda en psi

$P_3$ = Presión leída despues de adicionar  $V_a$  en psi

Posteriormente se dividió la cantidad de muestra (g) sobre el volumen del polvo ( $\text{cm}^3$ ) para obtener el valor de la densidad real ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )

Por otra parte la densidad aparente se calculó utilizando una probeta de 10 ml, la cual se taró, enseguida se virtió polvo de miel hasta la marca de 10 ml. Se dividió la cantidad de muestra entre la capacidad de la probeta y se obtuvo la densidad aparente en ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )

### 3.5.2 Porosidad

La porosidad constituye una comparación entre el volumen de espacios vacíos y el volumen total del sólido. Debido a esto se puede calcular a partir de la densidad del material. Con los valores obtenidos previamente de densidades relativas y reales en los polvos de miel secados por aspersión podemos utilizar la siguiente ecuación para expresar esta propiedad en porcentaje.

$$P = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_r} \quad \text{Ec. 10}$$

Donde:

P= porosidad (adimensional)

$\rho_a$ = densidad aparente en  $g \cdot cm^{-3}$

$\rho_r$ =densidad real en  $g \cdot cm^{-3}$

### 3.5.3 Ángulo de reposo

Es una manifestación de la fricción entre partículas y de la resistencia al movimiento, se define como aquel que corresponde al ángulo máximo formado entre la superficie de un cono de polvo y el plano horizontal.

Para realizar esta medición se colocó un embudo sobre un soporte quedando fijo y perpendicular a la superficie de la prueba. El borde inferior del embudo debe estar a 12.5 cm con respecto de la superficie de la prueba. A continuación se introduce la muestra con peso conocido sin compactar en el embudo al que se le ha tapado el orificio inferior. Destapar el orificio y dejar fluir el polvo; medir la altura (h) del lecho sobre la superficie y el diámetro (D) de la base del cono, con estos datos se calcula el ángulo de reposo (Ar) con la Ec. 11.

$$Ar = \frac{(\tan^{-1}) * 2h}{D} \quad \text{Ec. 11}$$

El ángulo de reposo se define como el ángulo en el que un material descansará sobre un material estacionario y es un indicador de fluidez en los polvos. Conforme a Carr (1976), los ángulos de hasta 35 ° indican fluidez libre, 35 ° -45 ° algo de cohesión, 45 ° -55 ° cohesión (pérdida de fluidez libre), y 55° y por encima de una cohesión muy alta y, por lo tanto, fluidez muy limitada (o nula).

### 3.6 Propiedades químicas de los polvos

#### 3.6.1 Hidroximetilfurfural

Para la preparación de la muestra se pesaron 5 g de miel en polvo adicionando 25 mL de agua destilada, posteriormente se agregaron 2 mL de ferrocianuro de potasio trihidratado  $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ , también conocido como solución de Carrez I (0.355 M) y 2 ml de acetato de zinc dihidratado  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  ó solución de Carrez II (1 M).

Posteriormente se aforo a 50 mL, después de mezclar se filtro a través de un filtro papel whatman, despreciando los primeros 10 mL de filtrado, se tomó una alícuota de 5 mL a los cuales se adicionó 5 mL de agua destilada, posteriormente se hizo pasar a través de un filtro para jeringa de 0.45  $\mu\text{m}$  para su posterior inyección en el equipo.

Se utilizó el equipo HPLC de la marca Perkin Elmer que cuenta con desgasificador, detector UV y bomba Flexar. Para determinar el compuesto se utilizó un método isocrático, la separación se llevó a cabo en una columna Thermo Scientific C18 250mm x 4.6 mm, tamaño de partícula de 5  $\mu\text{m}$ . Los datos fueron procesados utilizando el software Chromera. 5 hidroximetil (furfural) (Sigma- Aldrich, con una pureza de 99%) fue utilizada para realizar la curva de calibración en concentraciones de 100, 200 300, 400 y 500 ppm, la absorbancia fue medida a una longitud de onda de 285 nm, obteniendo una  $R^2$  de 0.9962. La fase móvil cromatográfica consistió en agua acidificada con ácido acético (HCOOH (0.1 M), J.T.Baker) y acetonitrilo (J.T.Baker) en una relación 9:1. Todos los disolventes utilizados se filtraron previamente a través de una membrana de 0.45  $\mu\text{m}$ .

### 3.6.2 Azúcares

La norma NMX-F-312-1978 se rige en el método volumétrico de Lane-Eynon que se basa en la determinación del volumen de una disolución de la muestra, que se requiere para reducir completamente un volumen conocido del reactivo alcalino de cobre; se determinó por este método únicamente azúcares totales y por medio de UHPLC azúcares de interés específico como lo son la glucosa y la fructosa.

#### 3.6.2.1 Determinación de azúcares totales

NMX-F-312-1978. Determinación de reductores directos y totales en alimentos.

Se pesaron y colocaron 5 g de cada muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, se añadieron 100 mL de agua y se agitó, seguido se agregaron 2 mL de disolución saturada de acetato de plomo, se agitó y sedimentó. Se añadió poco a poco oxalato de potasio hasta la total precipitación del acetato de plomo, se filtró y se aforo a 250 mL; posteriormente se neutralizó con NaOH (1N), utilizando fenofaleina hasta su vire rosa, esto se transfiere a una bureta y se titula en una solución preparada con 5 mL de solución A, 5 mL de solución B y 20 mL de agua destilada, este título se pone a calentar y en el momento de ebullición se agregó azul de metileno y se titula. El contenido de azúcares se determinó por la siguiente ecuación:

$$At = \frac{25000 * T}{V * P} \quad \text{Ec. 12}$$

En donde:

T = Título de la disolución A+B en g.

V = Volumen de la disolución problema, empleado en la titulación de 10 mL de la disolución A + B en mL.

P = Peso de la muestra, en g.

### ***3.6.2.2 Determinación de fructosa y glucosa***

Para la preparación de la muestra se pesaron 5 g de miel en polvo adicionando 25 mL de agua destilada, posteriormente se agregaron 2 mL de Carrez I y Carrez II y se aforo a 50 mL, después de mezclar se filtró a través de una membrana de 0.45  $\mu\text{m}$ , despreciando los primeros 10 mL de filtrado, se tomó una alícuota de 5 mL a los cuales se adicionó 5 mL de agua destilada, posteriormente se hizo pasar a través de un filtro para jeringa de 0.45  $\mu\text{m}$ .

Se utiliza el equipo Thermo Scientific ULTIMATE 3000 UHPLC System, el cual cuenta con un detector de índice de refracción ERC RefractoMax 520, conectado a una columna Thermo Dionex Ultimate column, un auto muestreador Thermo Dionex y una bomba Thermo Dionex. Para determinar ambos compuestos se utilizó un método isocrático, la separación se llevó a cabo en una columna apHera  $\text{NH}_2$  HPLC Column, con un tamaño de paso de partícula de 5  $\mu\text{m}$ , 150 mm  $\times$  2 mm. Los datos fueron procesados utilizando el software Chromera. Glucosa y fructosa (Sigma-Aldrich, con una pureza de 99%) fueron utilizadas para realizar la curva de calibración en concentraciones de 100, 200, 300, 400 y 500 ppm. Se inyectó un volumen de 1.5  $\mu\text{L}$ , el detector a una temperatura de 35°C con un flujo de 0.3 mL/s esperando un tiempo de estabilización. La fase móvil cromatográfica consistió en agua (J.T.Baker) y acetonitrilo (J.T.Baker), ambos grado HPLC en una relación 3:1.

Al realizar el análisis cromatográfico de los estándares se obtuvieron los perfiles de fructosa y glucosa y por medio de estos se determinaron sus tiempos de retención. Considerando las posibles concentraciones de estos carbohidratos en miel se hicieron pruebas con distintas concentraciones, así se llegó a determinar las concentraciones de trabajo, obteniéndose en un principio picos poco definidos de base muy ancha y línea base muy poco regular.



### 3.6.3 Proteínas

La determinación de proteínas fue realizada siguiendo la NMX-F-068-S-1980.

Se pesó 0.5 g de cada muestra para una corrida de tres muestras, con dos repeticiones cada una, posteriormente las seis muestras fueron transferidas, cada una a un matraz Kjeldahl donde se le añadió la mezcla digestora compuesta por sulfato de cobre y sulfato de sodio anhidro. A la mezcla también se le añadieron 10 mL de ácido sulfúrico. Los matraces con la mezcla fueron colocados en el digestor, donde se calentaron a una temperatura de 300°C. Las muestras se dejaron digestando durante 72 horas, hasta que la disolución fue completamente clara.

Cuando se digestó la muestra, a cada matraz se le añadió 10 mL de agua y se conectó el matraz a un sistema de destilación, el cual en la salida se le colocó un matraz Erlenmeyer con 25 mL de ácido bórico y unas gotas del indicador ShiroTashiro, se destiló hasta que hubo pasado todo el amoníaco y el contenido del matraz Kjeldahl fuera oscuro y el del matraz Erlenmeyer virara a verde claro posteriormente se retiró el matraz Erlenmeyer y se tituló con ácido clorhídrico 0.1 N El Nitrógeno presente en la muestra, expresado en por ciento se calculó mediante la Ec. 13 :

$$Np = \frac{V*N*0.014*100}{m} \quad \text{Ec. 13}$$

En donde:

V= Volumen de ácido clorhídrico empleado en la titulación, en  $cm^3$ .

N= Normalidad del ácido clorhídrico (0.1 N).

m= Masa de la muestra en g.

0.014 = Miliequivalente del nitrógeno.

Np= Nitrógeno presente en %

El por ciento de proteínas se obtiene multiplicando el por ciento de nitrógeno presente por el factor correspondiente (6.25).

## Evaluación sensorial

Para realizar una evaluación sensorial del producto definimos las características a evaluar, las cuales son:

**Apariencia:** Con frecuencia la única propiedad con la que el consumidor toma su decisión, algunas características a considerar son el color, el tamaño y la forma del producto presentado y la textura.

**Olor:** Es detectado cuando los componentes volátiles pasan por los ductos nasales y percibidos por el sistema del olfato. El aroma es el olor de los alimentos y la fragancia es el olor de los perfumes y cosméticos.

**Sabor:** Suma de las sensaciones resultantes en la estimulación del sentido del gusto o también expresado como las impresiones percibidas por vía las sensaciones químicas de un producto en la boca. Por lo que el sabor incluye aromáticos, sabores y sensaciones químicas.

**Consistencia y textura:** Son atributos percibidos por sensores en la boca diferentes del sabor y sensaciones químicas que incluyen la viscosidad, consistencia y la textura.

La prueba se realizó mediante la técnica conocida como “diferencia sobre la muestra control”, la cual consiste en presentar a los panelistas una muestra que se toma de referencia o “control” y una o más muestras a las cuales se les asignará un valor dependiendo de la diferencia entre la muestra y el control (0= no hay diferencia, 5= completamente diferente), los participantes en esta prueba pueden o no estar entrenados (M. Meilgaard, V. Civille, T. Carr, 1988).

## Capítulo 4 Resultados y discusiones

### 4.1 Propiedades físicas

#### 4.1.1 Rendimiento de polvos

Los tratamientos adicionados con inulina presentaron un rendimiento menor que aquellos tratados con albumina siendo el tratamiento 110WPCALB7030 el que mayor rendimiento mostró con un 73.83% (tabla 9). Todos los tratamientos superaron el 55% de rendimiento en los polvos, lo cual sobrepasa el 50% reportado por Bhandari, Datta y Howes, (1997) como un secado eficiente. Estadísticamente se encontró un efecto significativo ( $p < 0.05$ ) de la temperatura, el encapsulante y la proporción sobre el rendimiento (ANEXO 3).

Debido a las diferentes condiciones a las que se ha secado la miel y con el propósito de comparar el rendimiento obtenido, se extrapolaron los resultados de diferentes autores (tabla 8) a soluciones de 500 mL con el fin de estandarizar y obtener en gramos la recuperación de polvos teniendo como referencia el tratamiento 110WPC70ALB30 con 110.74 g de polvos de miel, el cual fue el valor máximo obtenido en esta investigación.

*Tabla 8 Rendimiento en trabajos relacionados*

Autor	% sólidos totales (bs)	Encapsulante	Rendimiento (%)	Rendimiento (g)
Taylor <i>et al.</i> , 2013	10%	Maltodextrina		
		50%	20.6	10.3
		60%	52.8	26.4
Taylor <i>et al.</i> , 2013	10%	WPI		
		30%	63.5	31.7
		40%	75.8	37.9
Samborska, Sokołowska y Szulc, 2016	30%	Goma Arabiga		
		25%	25.3	37.95
		50%	64.9	97.35

Las proteínas en las soluciones de alimentación, principalmente del concentrado de suero de leche produjo un efecto positivo ya que al aumentar su concentración incrementa el rendimiento en el secado; otra proteína presente es la albumina, la cual incrementa la Tg de la mezcla de alimentación; la eficiencia del uso de proteínas como el concentrado de suero de leche y la albumina en el secado por aspersión de miel puede resumirse en sus propiedades tensioactivas y de difusividad. El WPC se difunde a un ritmo más lento debido a su tamaño molecular, forma y menor solubilidad. La fructosa, glucosa y sacarosa, pueden desplazarse hasta el centro de la gota a un ritmo más rápido, mientras que es más probable que las proteínas permanezcan en la superficie de la gota debido a la tensión superficial en las regiones cercanas a la interfaz líquida/aire de la gota, migrando preferentemente a la superficie de las partículas y formando una monocapa (Jayasundera *et al.*, 2011).

Los sólidos disueltos aumentan en la superficie de la gota donde se produce la evaporación, este cambio en la concentración de la solución impulsa la difusión de los componentes hacia el centro (Taylor *et al.*, 2013). La concentración de sólidos en las soluciones influyen en gran medida con la viscosidad de la alimentación haciendo que al atomizarse la distribución de partículas no sea homogénea, afectando el tiempo de secado y el contenido de humedad, promoviendo un fenómeno conocido como “caking” que es el material pegado a la cámara del secador.

La temperatura de secado también es un factor en el que debido a las propiedades de las proteínas favorecen un recubrimiento acelerado de las proteínas en la superficie de los polvos, este proceso puede provocar que las proteínas se precipiten casi instantáneamente tras el secado inicial (Pinto *et al.*, 2015)

*Tabla 9 Rendimiento de polvos*

<b>Tratamiento</b>	<b>Rendimiento (%)</b>
120WPC60ALB40	59.48
120WPC70ALB30	62.14
120WPC60INL40	58.85
120WPC70INL30	61.44
110WPC60ALB40	69.48
110WPC70ALB30	73.83
110WPC60INL40	58.01
110WPC70INL30	58.04

### 4.1.2 Solubilidad

La solubilidad es la velocidad y grado en que los componentes de las partículas de polvo se disuelven en el agua expresada en g de muestra sobre mL de solvente.

A la temperatura de 120°C particularmente las mezclas WPC/INL con relación 60/40 tuvo mejor solubilidad reportando valores de 0.54 g/mL (tabla 10). La solubilidad es una característica importante de los polvos que pueden potencialmente afectar algunas de sus propiedades, como la reconstitución del extracto seco o la disponibilidad de los compuestos encapsulados en un sistema alimentario.

La solubilidad está relacionada con las condiciones de operación, los polvos producidos a una baja tasa de alimentación tienen una mejor solubilidad, lo que puede estar relacionado con el efecto del flujo de alimentación en el contenido de humedad final en los polvos (Sapper, Martínez y Camacho, 2015). La temperatura tiene un efecto significativo ( $p < 0.05$ ) en la solubilidad mientras que la concentración de miel tienen un efecto negativo en la solubilidad de los polvos. (ANEXO 4) Mientras mayor sea la temperatura menor será el contenido de humedad y una menor densidad aparente, lo que propicia una mayor área superficial facilitando la solubilidad de los polvos. Sin embargo, un alto flujo en la alimentación la reduce debido a que la tasa de evaporación disminuye sobresaturando de humedad la cámara del secador, reduciendo el tiempo de secado provocando un escurrimiento en las paredes incrementando el contenido de humedad y su inherente efecto en los polvos.

Los encapsulantes tienen también un efecto en la solubilidad, la inulina posee un peso molecular más bajo que el de las proteínas y por su naturaleza contribuye con grupos hidrofílicos adicionales a las partículas, que como consecuencia presenta una mayor interacción con el agua, facilitando su dispersabilidad. Por su parte las proteínas pueden clasificarse como fibrosas o globulares, teniendo estas como principal diferencia la hidrosolubilidad de las proteínas globulares, siendo un ejemplo de ellas tanto la ovoalbumina y las proteínas presentes en el suero de leche, debido a esto los polvos de miel secados por aspersión no presentan índices tan bajos de solubilidad.

Du *et al.*, (2014) publicaron la solubilidad de los polvos de caqui secados con diferentes materiales soportes ordenándolos de la solubilidad más baja a la mayor: la albúmina de huevo, el concentrado de proteína de suero, la goma arábiga y la maltodextrina respectivamente, siendo coherente con los valores presentados en la tabla 10.

*Tabla 10 Solubilidad de polvos*

Tratamiento	Solubilidad g/ml
120WPC60ALB40	0.379
120WPC70ALB30	0.48
120WPC60INL40	0.545
120WPC70INL30	0.53
110WPC60ALB40	0.256
110WPC70ALB30	0.22
110WPC60INL40	0.319
110WPC70INL30	0.31

#### **4.1.3 Contenido de humedad**

El contenido de humedad (tabla 11) en los polvos de miel se encuentra en un rango de 4.37 a 5.68% bs, lo cual es inferior al 10% asegurando la estabilidad microbiológica y enzimática. El polvo de miel producido con el encapsulante WPC/INL mostró un contenido de humedad mayor que con la relación hecha con ALB.

Estadísticamente se encontró un efecto significativo ( $p < 0.05$ ) producido por la temperatura de entrada y los encapsulantes utilizados (ANEXO 5).

El incremento en la temperatura disminuyó el contenido de humedad debido a una transferencia de calor más rápida entre el producto y el aire seco, debido al mayor gradiente de temperaturas promueve una mayor fuerza para la evaporación del agua. El flujo de alimentación y el contenido de miel en las soluciones no tuvieron un efecto significativo.

Suhag y Nanda, (2016) aportan que el contenido de agua depende de la relación encapsulante/miel, entre mayor la concentración de encapsulante, mayor contenido de agua se obtienen en los polvos lo cual concuerda con lo presentado en la tabla 11. Lo anterior se puede explicar debido al tamaño de las moléculas y las propiedades de las partículas ya que en pequeñas moléculas de agua es más difícil la difusión a través de las largas cadenas de proteínas en la solución.

El contenido de humedad en los polvos a su vez afecta otras propiedades críticas. La densidad de los polvos incrementa con un mayor porcentaje de humedad; el parametro de brillo en los polvos tambien muestra relación. La fluidez de los polvos se ve afectada en gran medida por el contenido de humedad siendo demostrado en la morfología de los polvos, quienes aparecen contraídos o unidos a otros polvos.

Generalmente el contenido de humedad disminuye con la disminución de la concentración del WPC en las mezclas realizadas con ALB, sin embargo se verificó que utilizando INL esta tendencia no se cumple y que al incrementar la concentración de INL el contenido de humedad tambien. Una propiedad de las proteínas es su capacidad para modificar la tensión superficial, lo que aunado al contenido total de sólidos en la solución disminuye la viscosidad del flujo de alimentación, la viscosidad influye en el tamaño de la gota en el proceso de aspersión y por consecuencia en la tasa de evaporación provocando que entre mayor sea la viscosidad de la solución mayor sea el tamaño de las gotas y el tamaño de las partículas.

*Tabla 11 Contenido de humedad*

<b>Tratamiento</b>	<b>Contenido de humedad (%)</b>
120WPC60ALB40	4.8497 ±0.04
120WPC70ALB30	4.5711 ±0.06
120WPC60INL40	4.7969 ±0.02
120WPC70INL30	4.3754 ±0.26
110WPC60ALB40	4.685 ±0.08
110WPC70ALB30	4.6955 ±0.02
110WPC60INL40	5.6854 ±0.77
110WPC70INL30	4.532 ±0.34

#### 4.1.4 Color

El color experimentó cambios en los parámetros  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  durante el proceso de secado. La luminosidad ( $L^*$ ) se mantuvo en un rango de 86.64 a 90.23 con puntos máximos en las mezclas realizadas con inulina, esto se debe a que es un producto con tendencia al color blanco y cuya luminosidad incrementa con la ganancia de agua. Las muestras mostraron valores positivos bajos para el parámetro  $a^*$ , indicando una ligera tendencia a un color rojizo. En general, los valores más altos del parámetro  $a^*$  se encontraron en donde se utilizó claras de huevo como agente encapsulante, el producto tuvo valores en un rango entre 1.07 y 1.92. Con respecto al parámetro  $b^*$ , se muestran todas las muestras valores positivos, que indican una tendencia al color amarillo. Este parámetro ( $b^*$ ) fue el más sensible al pasar de 17.08 a 24.53.

El cambio de color hacia valores mayores de  $a^*$  y  $b^*$  puede ser una evidencia del desarrollo de procesos de pardeamiento no enzimático o reacciones de Maillard, en la cual las proteínas ricas reaccionan con azúcares reductores como la fructosa y glucosa presentes en la muestra de estudio, la temperatura de secado fue otro factor que afectó las características de color de los productos, a saber, croma y luminosidad. Se observó un efecto de la temperatura de secado en el valor  $a^*/b^*$ , con la pérdida de enrojecimiento de las muestras, lo que resulta en un valor bajo de  $a^*/b^*$  aumentó al aumentar las temperaturas de 110 a 120 °C. Dados los resultados obtenidos se podría decir que el polvo de INL/WPC es ligeramente más sensible a cambios de color, siendo observable en la tabla 12.

El color de la miel podría desempeñar papeles importantes en la clasificación de diferentes muestras, se observó un tono ámbar en los tratamientos con albumina ( $L^*=86.64$ ,  $a^*=1.92$ ,  $b^*=24.53$ ) y tendiendo al blanco aquellas adicionadas con inulina ( $L^*=87.15$ ,  $a^*=1.09$ ,  $b^*=18.22$ ) teniendo como referencia el estudio hecho por Indiarito, (2012) quien utilizó maltodextrina (Md) y goma arábica (GA) como encapsulantes teniendo para Md ( $L^*=94.6$ ,  $a^*=-0.3$ ,  $b^*=6.9$ ) y para GA ( $L^*=98.1$ ,  $a^*=-0.1$ ,  $b^*=2.1$ ). Las mieles más oscuras pueden tener un pH más alto y actividades antioxidantes pero menor cantidad de azúcares que las mieles más claras por lo que se discutirá si esto afectan otras propiedades afectadas por la degradación como lo es el contenido de HMF y el contenido de azúcares específicos.



Tabla 12 Color

Muestra	COLOR					
	L	a*	b*	$\Delta E$	C*	H*
<b>120WPC60ALB40</b>	86.64	1.92	24.53	48.72	24.61	85.52
<b>120WPC70ALB30</b>	87.48	1.89	19.78	50.77	19.87	84.54
<b>120WPC70INL30</b>	89.32	1.17	17.08	53.46	17.12	86.08
<b>120WPC60INL40</b>	90.23	1.33	18.82	53.73	18.87	85.96
<b>110WPC60ALB40</b>	87.42	1.43	19.34	50.91	19.39	85.77
<b>110WPC70ALB30</b>	86.83	1.36	18.65	50.59	18.70	85.83
<b>110WPC70INL30</b>	88.87	1.07	18.76	52.50	18.79	86.74
<b>110WPC60INL40</b>	88.81	1.11	18.79	52.43	18.82	86.62
<b>Miel</b>	39.54	8.41	35.17	0	36.16	76.55

En la tabla 12 se muestra la diferencia de color total ( $\Delta E$ ) de los polvos reconstituidos en comparación con las mezclas de alimentación antes del proceso de secado por aspersion en donde observamos que la mezcla 120WPC60ALB40 tuvo la menor diferencia de color, siendo la mas cercana al color de la miel utilizada para el secado por aspersion, sin embargo podemos advertir que la temperatura no tuvo tanto efecto como lo fue el encapsulante, pues los valores son muy cercanos entre las soluciones con el mismo aditivo. El  $\Delta E$  de los polvos reconstituidos fué afectado significativamente por la concentración de encapsulantes, la temperatura de secado y la proporción de los encapsulantes utilizados ( $p > 0.05$ ). La tendencia a la diferencia de color total del polvo de miel fue similar a los resultados de enrojecimiento en términos de ser significativamente afectados por la temperatura de entrada de secado (ANEXO 6).

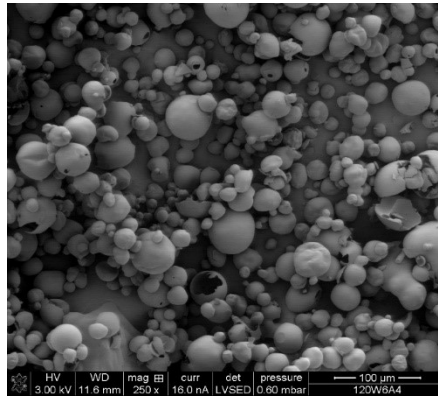
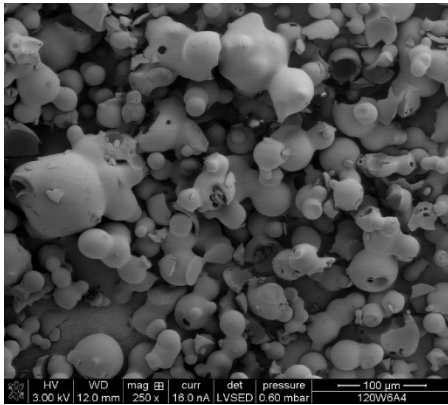
El espacio de color  $L^* C^* H^*$  cuenta con el mismo diagrama que el espacio  $L^* a^* b^*$  solo que referenciadas a coordenadas cilindricas, en éste espacio de color  $L^*$  indica luminosidad o la cantidad de luz emitida/reflejada por el material,  $C^*$  representa croma o saturación definiendo la intensidad del color, y  $H^*$  es el ángulo de matiz que es la longitud de onda dominante del color que vemos. Todos los polvos preparados con INL pura presentaron un amarillo pálido similar que muestra ligeras diferencias visuales y ninguna tendencia clara al variar concentración. De acuerdo con esto, las microcápsulas presentaron valores altos de  $L^*$  (luminosidad), valores  $C^*$  cercanos entre ellos. Debido a la gran variedad de tonalidades en la miel, se esperarían polvos con tonalidades amarillas ligeramente rojizas como las obtenidas en esta investigación.

#### 4.1.5 Morfología

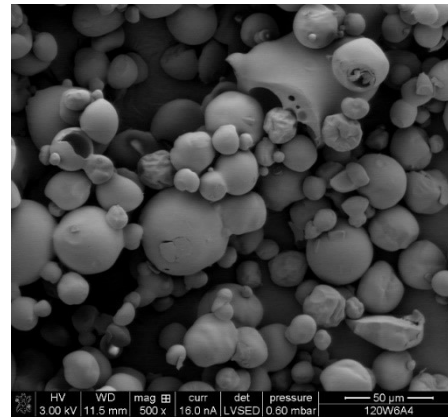
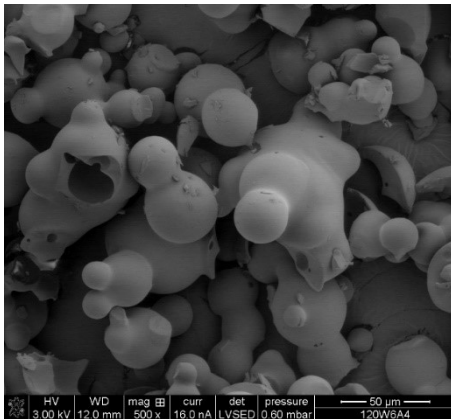
La microscopía de barrido electrónico nos permite evidenciar las diferencias entre cada tratamiento, los aspectos a considerar fueron la aglomeración, el colapso y la forma de las microesferas. En estudios preliminares se seleccionó un contenido total de sólidos secos del 30% debido a que presentaron mejores propiedades morfológicas pues al aumentar el contenido de sólidos incrementa la viscosidad de la alimentación lo cual influye en el tamaño de gota provocando que el secado no sea uniforme, también se observó el efecto que tiene la energía de atomización, la cual al incrementarse reduce el tamaño de los polvos (Thomás y Schmidt, sin fecha). Según Walton (2000), se identifican tres tipos distintos de morfología de polvos secados por aspersión: aglomerado, formador de piel y cristalino; Islam, Edrisi y Langrish (2013) presentaron que la morfología de las partículas es un buen indicador de la naturaleza amorfa o cristalina de los polvos. Materiales amorfos y cristalinos tienen diferentes propiedades fisicoquímicas; los polvos con estructura amorfa son más higroscópicos, más cohesivos, difícil de fluir y dispersarse (Nurhadi y Ross, 2016).

En la Fig 7 se presentan los polvos de miel obtenidos con los siguientes tratamientos 120WPC60ALB40 y 120WPC60INL40; en los ambos se aprecian partículas esféricas, notándose una capa bien formada de recubrimiento con pequeños orificios en las microesferas lo que facilita la rehidratación del producto; sin embargo en a) se notan partículas más aglomeradas que en b), también podemos observar diferentes tamaños de partícula, además de la aglomeración en los tratamientos con albumina, en los acercamientos con X500 Y X1000 notamos la fragmentación de las muestras con inulina sin embargo en ambos tratamientos las partículas presentan poco colapso.

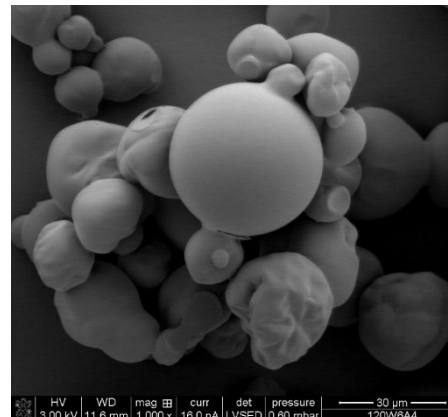
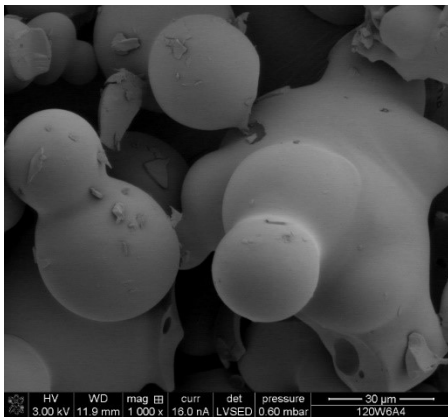
Una estructura hueca es el resultado de una alta tasa de evaporación experimentadas por pequeñas moléculas con alta solubilidad (sacáridos), mientras que la deformación se debe a una atomización incompleta cuando la acción de las fuerzas viscosas y de tensión superficial en el líquido no es suficiente para dividir las gotas, además de que la permeabilidad permite el flujo de agua y vapor del interior hacia la superficie.



a) y b)



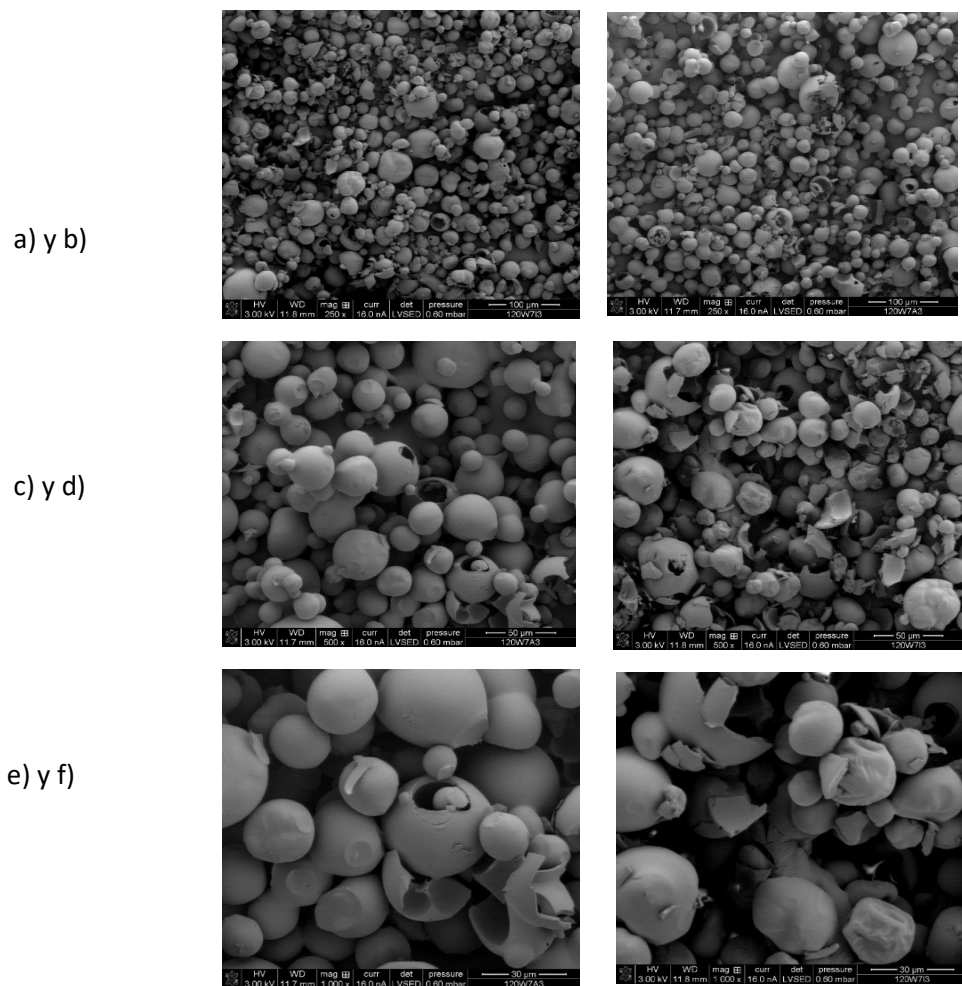
c) y d)



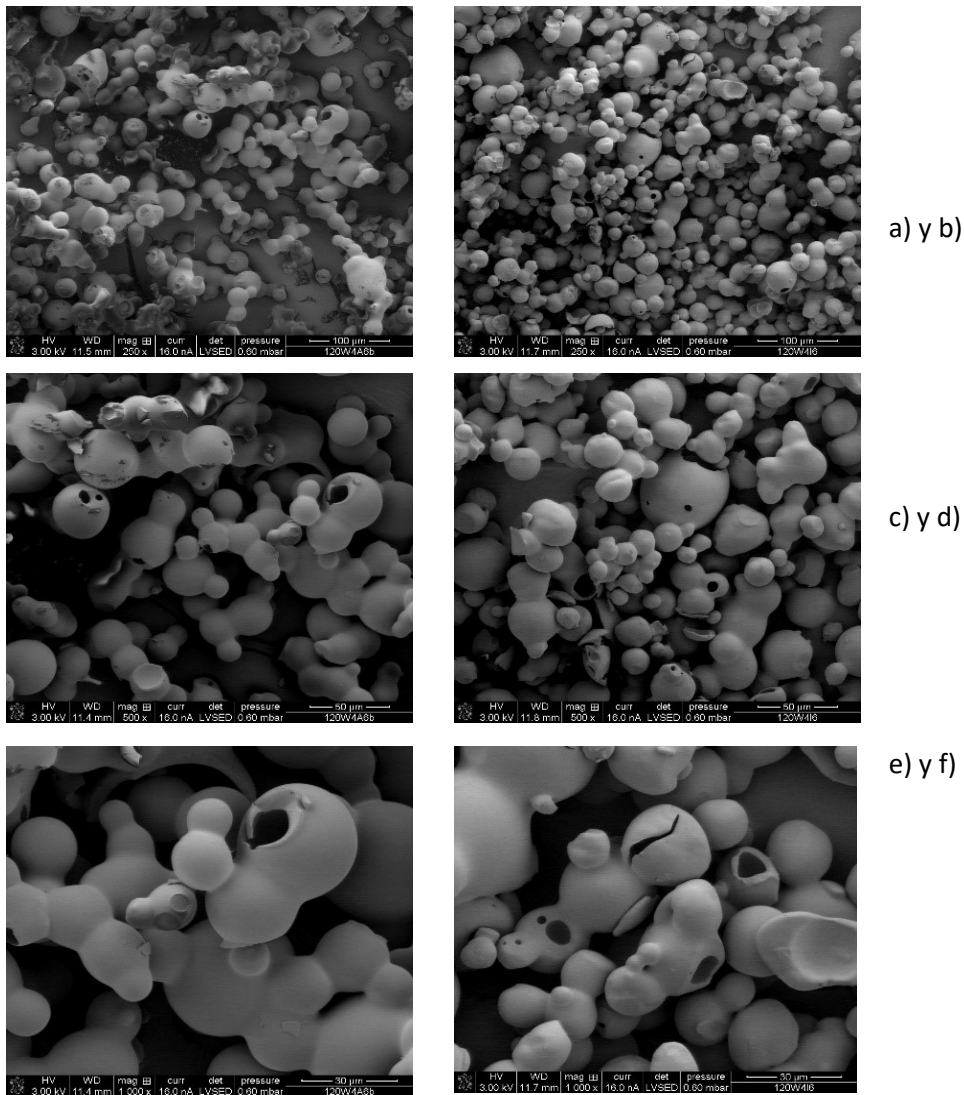
e) y f)

*Fig. 7 Microscopia de polvos de miel. Tratamientos 120WPC60ALB40 y 120WPC60INL40; a) y b) X250; c) y d) X500; e) y f) X1000*

Las imágenes de las partículas de polvos obtenidos con una mezcla WPC70/ALB30 y WPC70/INL30 después de ser secados por aspersión a 120 °C son presentados en la Fig 8; los polvos fueron caracterizados como esferas de varios tamaños pero con una menor aglomeración que las presentadas en la figura anterior; en e) y f) podemos observar claramente la fragmentación característica en este estudio provocada por el aditivo inulina, además de que se notan contraídas; en c) las partículas presentan mayor tamaño manteniendo su forma esférica, se observan partículas separadas previamente aglomeradas; en d) las partículas esféricas presentan un mayor colapso, pero menores signos de encogimiento que las presentadas con mayor cantidad de inulina en la mezcla de alimentación.



*Fig. 8 Microscopía de polvos de miel. Tratamientos 120WPC70ALB30 y 120WPC70INL30. a) y b) X250; c) y d) X500; e) y f) X1000.*



*Fig. 9 Microscopia de polvos de miel. Tratamientos 110WPC60ALB40 y 110WPC60INL40; a) y b) X250; c) y d) X500; e) y f) X1000*

La variación en la temperatura tuvo un efecto en los polvos, en la figura 9 se aprecian los polvos obtenidos apartir de la mezcla WPC60/ALB40 Y WPC60/INL40 secadas a 110°C siendo la aglomeración la principal diferencia, las partículas en las diferentes observaciones presentan menor homogeneidad en su tamaño, las muestras con inulina menor colapso pero sus aglomeraciones son de formás irregulares.

La diferencia en el tamaño de los polvos puede atribuirse a las condiciones de operación y al encapsulante coincidiendo con lo reportado por Samborska, Sokołowska y Szulc, (2016) quienes observaron que podría atribuirse a un comienzo del proceso de aglomeración de partículas en el secador, lo que conduce la formación de puentes entre partículas y por consiguiente a la producción de partículas de mayor tamaño. Similarmente Bae y Lee (2008) observaron los resultados en el secado por aspersión de aceite de aguacate usando WPI y MD como materiales de pared.

El incremento en la Tg de las soluciones tiene una relación directa con la morfología de los polvos, así lo demuestran los valores calculados de los polvos de miel secados por aspersión, siendo notorio en las microscopías. La muestra 120WPC60ALB40 presentada en la Fig 7 tiene una Tg de 150°C, lo cual permitió la excelente recuperación de los polvos, sin embargo a 180°C presenta su temperatura de fusión (Tm), esta diferencia de temperatura provocó que las partículas se apelmazaran ligeramente. Los polvos presentados en la Fig 8 muestran los polvos 120WPC7ALB30 y 120WPC70INL30, reportando valores de 137 y 130°C de Tg y una Tm de 180 y 175°C respectivamente; esta información se ve reflejada en la forma esférica de ambos polvos, la buena recuperación de producto y mejores propiedades de manejo en comparación del polvo presentado en la Fig 7 a).

La Tg es influenciada directamente por la humedad de los polvos, observable en los tratamientos con proteínas al presentarse las aglomeraciones resultantes de los puentes generados por la humedad. La cohesividad observada en las imágenes concuerda con el amplio rango de temperaturas entre el punto de fusión y la Tg de los polvos. Por otro lado la fluidez esta relacionada con la forma esférica de los polvos, lo cual se puede atribuir al efecto filmogénico de las proteínas, siendo de naturaleza amorfa la higroscopicidad en estas suele ser alta; sin embargo la solubilidad se ve favorecida por este tipo de morfología.

La formación de envolturas rígidas se ve favorecida por un secado rápido y de alta movilidad en las partículas, mientras que el colapso puede explicarse por la formación de un vacío parcial debido al mismo movimiento e inducido por la capilaridad desde el interior hacia la superficie o porque la viscosidad estructural del material se reduce a su nivel crítico en el cual no puede soportar su peso contra la gravedad y en consecuencia contraerse (Mirhosseini, Amid y Cheong, 2013).

De manera general podemos indicar que las soluciones secadas con la mezcla WPC/ALB presentan una mayor aglomeración, mientras que las soluciones deshidratadas con la mezcla WPC/INL presentan una tendencia al colapso más pronunciada, observando en la mayoría de muestras, ligeros fragmentos que no se observan en las muestras con otros agentes encapsulantes, la forma de las partículas para ambas mezclas se observan esferas, sin embargo en las imágenes referenciadas a la mezcla WPC/ALB se observa un tamaño de partícula más homogénea.

## 4.2 Propiedades de fluidez y manejo

### 4.2.1 Densidad real y aparente de los polvos

La densidad real de los polvos de miel varió en un rango de 0.4099 a 0.5344  $g/cm^3$  (tabla 13). Tanto el encapsulante como la proporción de aditivo con la miel utilizada en la solución a alimentar tuvo un efecto significativo sobre la densidad aparente de los polvos ( $p < 0.05$ ).

Los valores presentados en este proyecto fueron similares a lo reportado por Taylor *et al.*, (2013), quien utilizando una mezcla de WPI con Md reportó valores entre 0.32 y 0.52  $g/cm^3$ . Mientras que Samborska y Czelejewska (2012) reportaron valores que varían de 1.41 a 1.61  $g/cm^3$  utilizando maltoextrina como agente encapsulante, trabajos realizados con goma arábica por Samborska, Sokołowska y Szulc (2016) dan valores completamente diferentes en un rango que va de los 0.50 a los 0.74  $g/cm^3$ . Variaciones tan marcadas como las encontramos en este parámetro son provocadas por las diferentes condiciones de operación que se reflejan en otras propiedades relacionadas directamente con la densidad, un ejemplo de ello es el contenido de humedad pues entre mayor cantidad de agua tienen los polvos más partículas se combinan en grupos lo que da lugar a enlaces entre ellos lo que aumenta la densidad aparente. También el valor de la densidad aparente muestra la porosidad de las partículas: cuanto más "compacta" es una partícula, mayor es la densidad aparente (J. Lattimer, 1977); materiales con la propiedad de formar películas como el WPC contienen burbujas de aire por lo que la densidad aparente será menor y es por este motivo que el utilizar un fluido como el Helio nos permite acceder a esas pequeñas cavidades.

En la densidad aparente las partículas están separadas una y otra por una película de aire y no están en contacto entre ellas. Los polvos de miel secados por aspersión mostraron valores de los 0.2527 a los 0.3906  $g/cm^3$  (tabla 14). Estos valores no son similares con lo reportado por Samborska y Czelejewska (2012) que van de 0.49 a 0.54  $g/cm^3$  utilizando goma arábica, ni por Bringas-lantigua, Pino y Aragüez-fortes (2016) quienes utilizaron maltodextrina variando su densidad de 0.4260 a 0.5903  $g/cm^3$ , siendo notorio el efecto tanto del encapsulante como la proporción de este en las soluciones alimentadas.

Un incremento en la temperatura de entrada generalmente provoca una película formada rápidamente en la superficie de la gota, esto lleva a la formación de una nube de vapor impermeable, generando burbujas y finalmente la expansión de la gota, por lo que tendrá un vacío o estará hueca disminuyendo su densidad. Las soluciones con inulina tuvieron un mayor contenido de humedad (tabla 11) y son los polvos que tienen una densidad aparente mayor, siendo congruente con lo explicado anteriormente.

La porosidad es la fracción de volumen de una muestra que es ocupada por espacios vacíos u oquedades, no es la medida de la fracción del vacío si no del tamaño del mismo y puede variar de cero a uno, pueden ser interconectados o aislados y de esto dependerá el transporte de humedad dentro del polvo, por lo que no necesariamente a valores altos de porosidad se tendrán valores esperados para contenido de humedad o solubilidad. La porosidad es fundamental en la reconstitución de los polvos controlando la velocidad de rehidratación. Los valores más altos se obtuvieron en las soluciones preparadas con albumina, esto se puede observar claramente en la macroscopía a) de la Fig. 7 en reforzando la teoría descrita en la densidad real referente a la formación de burbujas dentro de los polvos causados tanto por el WPC como por la otra proteína presente (ALB)

*Tabla 13 Densidad real, densidad aparente, porosidad y ángulo de reposo en los polvos de miel*

Tratamiento	Densidad aparente absoluta ( $g/cm^3$ )	Densidad aparente suelta ( $g/cm^3$ )	Porosidad	Ángulo de reposo (°)
120WPC60ALB40	0.4099	0.2694	0.4099	40.44
120WPC70ALB30	0.3970	0.2732	0.3970	36.59
120WPC60INL40	0.4140	0.2919	0.4140	28.80
120WPC70INL30	0.4342	0.3982	0.4342	34.47
110WPC60ALB40	0.4377	0.2527	0.4377	44.29
110WPC70ALB30	0.4291	0.3360	0.4291	43.86
110WPC60INL40	0.4434	0.3177	0.4434	40.14
110WPC70INL30	0.5344	0.3822	0.5344	49.98



### **4.2.2 Ángulo de reposo**

El ángulo de reposo de un material con un alto grado de cohesividad es indeterminado, el comportamiento depende de la forma en que varía su resistencia con su estado de compactación. Teniendo en cuenta lo anterior observamos en la tabla 13 que la mayoría de los polvos se encuentran dentro del rango de cohesión media a excepción de los polvos secados a 110°C con inulina en una proporción 70/30, la cual ha perdido su fluidez libre.

Dentro de las variables que afectan esta propiedad encontramos que el ángulo de reposo disminuye al aumentar el tamaño de partícula, debido a que las partículas pequeñas se adhieren fuertemente entre sí. Como se pudo observar en la morfología de los polvos, los tratamientos con ALB presentaban partículas ligadas unas a otras, siendo la muestra 110WPC60ALB40 la que mayor cohesividad presentó tanto en los valores como lo mostrado en las imágenes, por lo que también la forma de los polvos determina la fuerza interna de los mismos.

El contenido de humedad aumenta la cohesión de los polvos al aumentar su plasticidad, por lo que el ángulo de reposo está directamente relacionada con esta propiedad, siendo coherente con lo presentado en la tabla 11, en donde se observa esta relación.

## **4.2 Propiedades químicas de los polvos**

### **4.2.1 Hidroximetilfurfural**

El valor mínimo en los polvos fue de 2.34 mg/Kg en el tratamiento 110WPC70ALB30 y el valor más alto se obtuvo en 120WPC70INL30 con un valor de 4.43 mg/Kg que se observa en la tabla 15. Después de analizar los polvos mediante el equipo HPLC se observó la disminución del 5-HMF respecto a la miel líquida (5.95 mg/Kg), diferencias significativas ( $p < 0.05$ ) se observaron al variar las condiciones de operación (ANEXO 7); las muestras secadas con la mezcla WPC/ALB reportaron valores menores que los producidos con la mezcla WPC/INL.

Los resultados de este importante parámetro nos permiten conocer el deterioro por calentamiento en los polvos de miel secados por aspersión son parte de una discusión que tiene su limitante en el gran número de reacciones que se llevan a cabo debido al pH, contenido de humedad, carbohidratos, enzimas, aminoácidos y demás componentes de la miel. El 5-Hidroximetilfurfural es un compuesto derivado de la deshidratación de azúcares reductores siendo la temperatura y la acidez los mayores responsables según lo reportado por Jr (2016).

En esta investigación se observó la disminución en la concentración de este compuesto, lo cual refleja la excelente protección de las proteínas como material encapsulante y la diferencia entre ambas mezclas puede ser debido a que la inulina es un carbohidrato por lo que pudo aportar a la formación del compuesto después de separar sus componentes debido a la temperatura. Lucero *et al.*, 2004 menciona que en periodos cortos de tiempo (< 60s) a temperaturas entre 100 y 130°C no existe una variación significativa en el contenido de HMF, sin embargo, en este estudio no presenta reducciones.

Los valores obtenidos en la presente coinciden con lo reportado por Indiarto(2012) quien realizó estudios con maltodextrina y goma arábica como aditivos obteniendo valores de 5-HMF de 22.7 y 0 mg/kg pero que contrasta con lo reportado por Samborska y Czelejewska (2012) quien publica valores de 23.3 y 47.1 mg/kg utilizando goma arábica como encapsulante.

*Tabla 15 5-Hidroximetilfurfural*

Tratamiento	HMF (mg/Kg)
120WPC60ALB40	3.39
120WPC70ALB30	3.17
120WPC60INL40	3.87
120WPC70INL30	4.43
110WPC60ALB40	3.41
110WPC70ALB30	2.34
110WPC60INL40	3.35
110WPC70INL30	3.07
Miel	5.94

## **4.2.2 Azúcares**

### **4.2.2.1 Azúcares totales**

En la tabla 16 se presentan los valores obtenidos para azúcares totales, los cuales se encuentran entre 46.30% y 59.70% en los polvos de producidos a partir de una miel con 79.48% de azúcares. La muestra secada a 120°C con una mezcla de encapsulantes WPC60INL40 fué la que obtuvo mayor contenido de azúcar, en contraparte la solución WPC60ALB40 secada a 110°C presentó el valor más bajo.

En general la miel está compuesta por una mezcla de azúcares de bajo peso molecular como la fructosa, glucosa y sacarosa quienes representan el 60-85% en peso de los sólidos totales de la miel. La proporción de fructosa a glucosa en la miel es cercana a la unidad, siendo la D-fructosa el azúcar predominante. El contenido de sacarosa en mieles excede al azar el 1% del contenido total de sacáridos. El nivel de maltosa es a menudo tres veces más alto que el de la sacarosa. El perfil total de azúcares se presenta en la tabla 15. En el secado es de esperarse la aparición de azúcares simples ya que al someterse a un tratamiento térmico genera la escisión homolítica de enlaces y la consecuente conversión de los polisacáridos a sus respectivas unidades monoméricas (Tontul y Topuz, 2017); lo anterior sustenta los resultados que muestran una tendencia a contener mayor porcentaje en las mezclas elaboradas con inulina, esto debido a su origen sacárido (ANEXO 8). Indiarto (2012) obtuvo 42.04% utilizando maltodextrina como agente encapsulante y 38.63% con goma arábica, siendo congruente con el origen sacárido del primer agente, la miel utilizada en este secado tuvo un 72.9% de azúcares totales en estado líquido; posteriormente Samborska, Sokołowska y Szulc, (2016) utilizando la técnica de diafiltración obtuvo polvos con 17.8% de azúcares a partir de una miel con 80.7% utilizando goma arábica como encapsulante, lo que comprueba el efecto que tienen las proteínas en el eficaz recubrimiento aunada a una menor temperatura de secado permiten mantener la cantidad de azúcares en los polvos secados por aspersión.

Tabla 16 Azúcares totales

Tratamiento	Fructosa (mg/g)	Glucosa (mg/g)	Azúcares (%)
120WPC60ALB40	39.15	24.73	50.81
120WPC70ALB30	44.01	27.77	55.49
120WPC60INL40	58.85	40.01	59.70
120WPC70INL30	54.87	45.19	57.13
110WPC60ALB40	35.82	24.18	46.30
110WPC70ALB30	30.06	21.58	53.61
110WPC60INL40	50.45	39.41	47.36
110WPC70INL30	47.40	33.24	51.21
Miel	52.81	31.81	79.48

#### 4.2.2.2 Azúcares específicos

En la tabla 16 observamos que los valores más altos en fructosa y glucosa fueron reportados por la muestra 120WPC60INL40, los cuales presentan un mayor contenido de estos sacáridos, los cuales pueden provenir del aditivo INL el cual pertenece a la familia de los oligosacáridos. Los valores determinados por el equipo de se muestran en la tabla 15. Indiarto (2012) reportó valores para fructosa de 38.89% y 33.08% de glucosa en la miel líquida y 29.17% y 19.32% respectivamente para los polvos secados con maltodextrina, los valores obtenidos con goma arábica fueron 20.68% para fructosa y 17.67% para glucosa. Con la información anterior podemos observar el trabajo protector de las proteínas y la influencia de la inulina en las diferentes muestras realizadas.

### 4.2.3 Proteínas

Tanto el concentrado de suero de leche como la albumina fueron claves en muchos aspectos fisicoquímicos en el secado por aspersión de miel, esto debido a que la proteína emigra preferentemente a la interfaz gota-aire impulsada por su actividad superficial, los resultados actuales confirmaron la difusión de proteínas hacia la superficie formando una delgada película poco después de entrar en contacto con el aire caliente. La película se convierte en estado vítreo y actúa para superar tanto la pegajosidad existente partícula-partícula como partícula-pared, lo observado concuerda con estudios previos que han demostrado que la superficie de polvo secados por aspersión en gran medida está cubierta por proteínas, incluso cuando se utilizan pequeñas concentraciones (Adhikari, Howes, Bhandari et al., 2009; Fäldt & Bergenståhl, 1994). Los valores mostrados en la tabla 19 concuerdan con lo esperado siendo la mezcla secada a una temperatura de 120°C y una mezcla de WPC/ALB en relación 70/30 la que mayor contenido proteico mantiene existiendo una relación entre la temperatura y la concentración de encapsulante. Trabajos relacionados con la adición de proteínas no realizan su cuantificación enfocándose más a la homogeneidad en la película formada en la microencapsulación.

*Tabla 17 Contenido de proteínas*

<b>Tratamiento</b>	<b>Proteínas g/100 g muestra</b>
120WPC60ALB40	29.75
120WPC70ALB30	39.73
120WPC60INL40	21.00
120WPC70INL30	22.58
110WPC60ALB40	33.43
110WPC70ALB30	32.73
110WPC60INL40	21.18
110WPC70INL30	23.70
Miel	1.58

### 4.3 Prueba sensorial

Se realizó una prueba sensorial de los polvos de miel secados por aspersión producidos a partir de la adición de la mezcla de encapsulantes WPC/ALB y WPC/INL que mejores resultados reportaron en su evaluación fisicoquímica. Mezclando 5 g de muestra en 100 mL de agua a temperatura ambiente; los frascos fueron marcados con letras aleatorias para las muestras con el objetivo de no provocar un sesgo (ANEXO 9). Los polvos seleccionados fueron WPC70ALB30 a 110 y 120°C, 120WPC60INL40 y 110WPC70INL30. En términos de apariencia los polvos adicionados con inulina a 120°C obtuvieron mayor aceptación por los panelistas, la principal razón es una ligera formación de espuma, que se transforma en una laminilla sobre la superficie presente en las muestras con ALB similar a la nata. Sin embargo, el color de las muestras reconstituidas con la mezcla WPC/ALB tuvieron una mayor aceptación, lo cual concuerda con la menor diferencia de color total presentado en la tabla 13. En cuanto al aroma la miel en polvo producida con inulina fue la preferida; esto puede ser causado por el mayor contenido de azúcares en este tratamiento (tabla 18) Como observación los panelistas acotaron que en la muestra 110WPC70ALB30 el aroma a clara de huevo era intenso. El sabor de la proteína de suero de leche está muy presente en todas las muestras, signo de ser la base de la mezcla encapsulante, así como también el de la albumina por lo que el producto favorito en sabor fue la mezcla 120WPC60INL40, polvos que presentan de los mayores contenidos de azúcares, a lo cual se atribuye esta preferencia.

## 5 Conclusiones y recomendaciones

### 5.1 Conclusiones

Microencapsular la miel reduce los problemas como la viscosidad y su densidad, evita la cristalización aumentando su vida de consumo, disminuye el área de almacenaje, gastos por bombeo y reduce la dificultad para limpieza de equipos. Se amplían las aplicaciones de la miel mejorando la fluidez y su manejo, puede ser agregada en mezclas secas y en formulaciones se reducen la problemática de cantidades inexactas de material.

No es posible secar la miel en el proceso de secado por aspersión sin utilizar agentes encapsulantes, la utilización de proteínas como dichos agentes permitió la buena recuperación de polvos con bajo contenido de humedad lo que asegura una inocuidad microbiana.

La temperatura fue de las variables que tuvieron mayor efecto en las propiedades de los polvos, ejemplo de ello es que a pesar de tener un menor rendimiento los polvos secados a 120°C fueron los que mayor contenido de glucidos reportaron así como también una menor diferencia de color con la miel líquida. Por otra parte los polvos secados a 110°C obtuvieron una mayor densidad aparente al contener un mayor contenido de humedad, las proteínas se concentraron en un mayor número y el daño térmico producido por el proceso fue menor reflejado en los valores de HMF.

La mezcla y proporción de los agentes de secado también tuvieron un efecto en los polvos, claro ejemplo de esto es el mayor contenido de azúcares en los tratamientos realizados con inulina, aumentando proporcionalmente con el incremento de inulina en la mezcla. Por su parte las mezclas realizadas con ALB obtuvieron mayor contenido de proteínas como era de esperarse. Los encapsulantes utilizados permitieron obtener polvos esféricos, siendo los polvos tratados con albumina los que tuvieron una mayor homogeneidad en cuanto a forma y tamaño, en contraparte la inulina provocó que los polvos se contrajeran y colapsaran.

Las aplicaciones en las que puede aplicarse estos polvos requieren que para su manejo tengan buena fluidez, baja cohesividad y un color característico a la miel líquida. Independientemente de la industria a la que se aplique deberá tener buena solubilidad, un sabor dulce y que no presente aromas desagradables.

La prueba sensorial justificó el mayor contenido de azúcares en las muestras con inulina al ser la mejor aceptada en cuanto al sabor, sin dejar a un lado el sabor aportado por la proteína de suero de leche. En cuanto a color las muestras tratadas con albumina fueron las mejor aceptadas, siendo congruente con lo presentado anteriormente.

Teniendo lo anterior podemos concluir que se obtuvo un polvo de miel utilizando agentes encapsulantes que protegieron propiedades de la miel en estado líquido y mejoraron las propiedades hasta ahora reportadas.

El polvo 120WPC70ALB30 fue el que mejores valores obtuvo en la evaluación fisicoquímica, estando todos dentro de la normatividad; sin embargo en cuestión hedónica el polvo 120WPC60INL40 fue el que mayor aceptación tuvo en los panelistas.

## **5.2 Recomendaciones**

- Optimización de las condiciones de operación por medio del cálculo de la temperatura de transición vítrea.
- Estudiar el efecto que tienen las proteínas en el compuesto 5-hidroximetilfurfural, debido a la discusión que existe entre distintos autores, sobre su aumento o disminución del compuesto.
- Estudiar el efecto del almacenamiento en las propiedades de los polvos de miel secados por aspersión.
- Análisis del aporte nutricional y reológico en la elaboración de panadería y confitería utilizando polvos de miel.



## 6 ANEXOS



a)



b)



c)



d)

*ANEXO 1 Pruebas preeliminarias. a) Mezcla miel/CMC; b) Variación de parametros; c) Separación de encapsulantes; d) Mezcla con goma de tragacanto*



a)

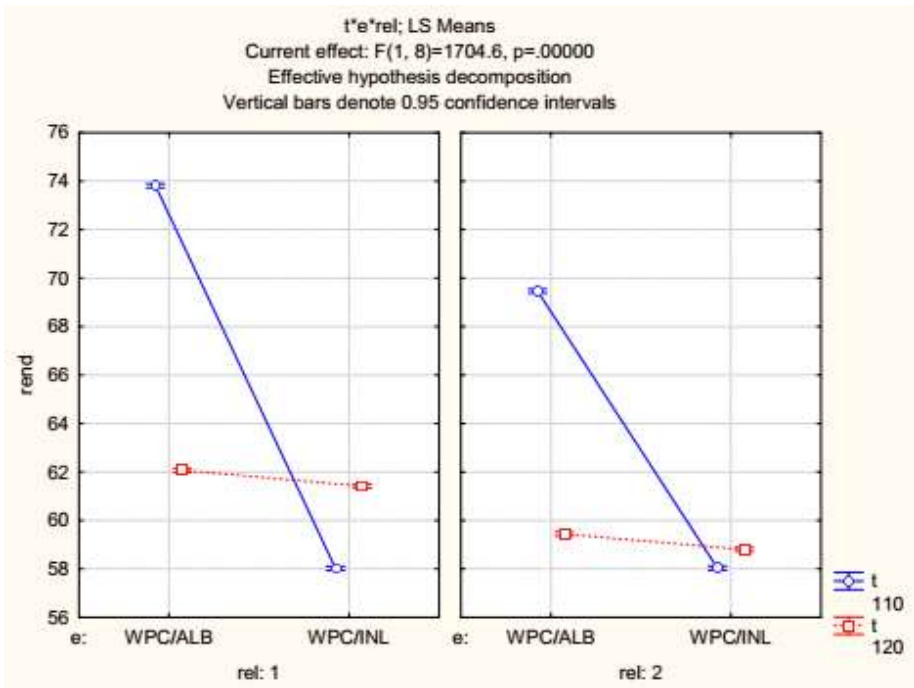


b)

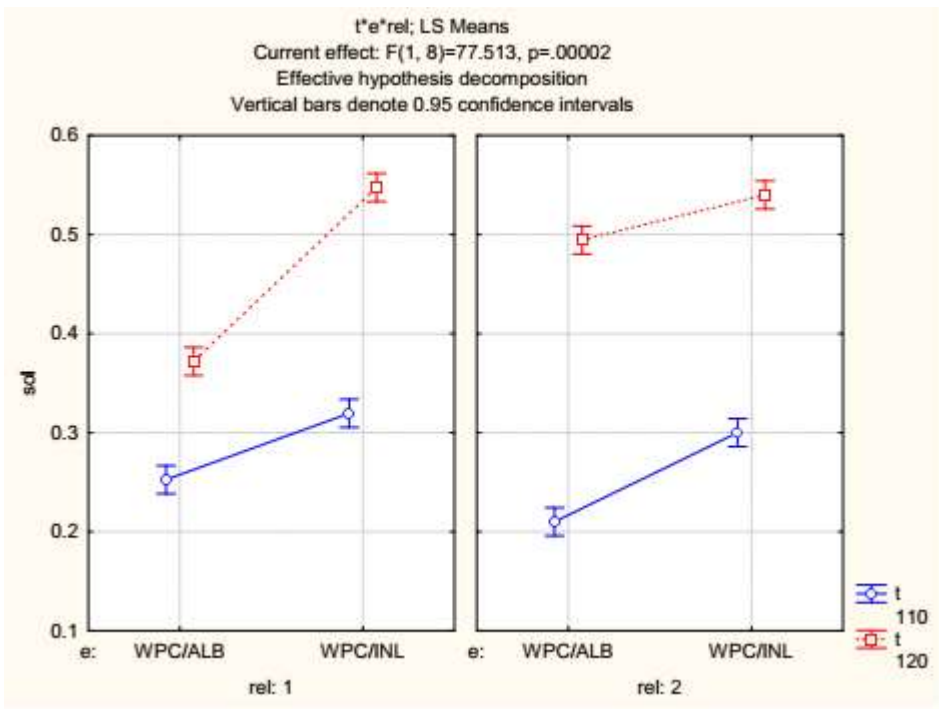


c)

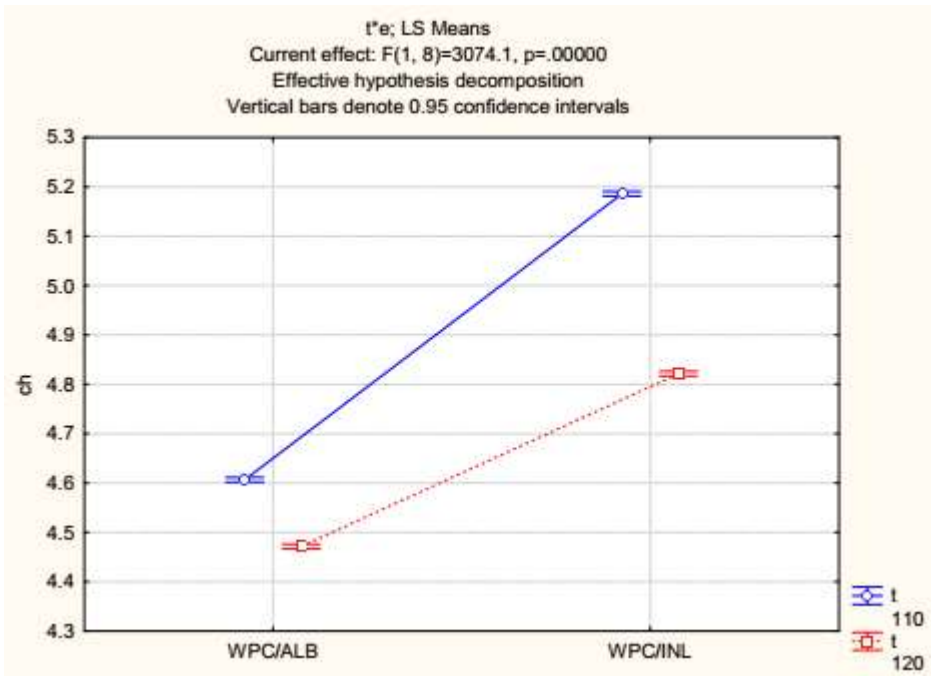
*ANEXO 2 Variación de concentración de sólidos. a) 25% ss; b)30% ss; c)40% ss.*



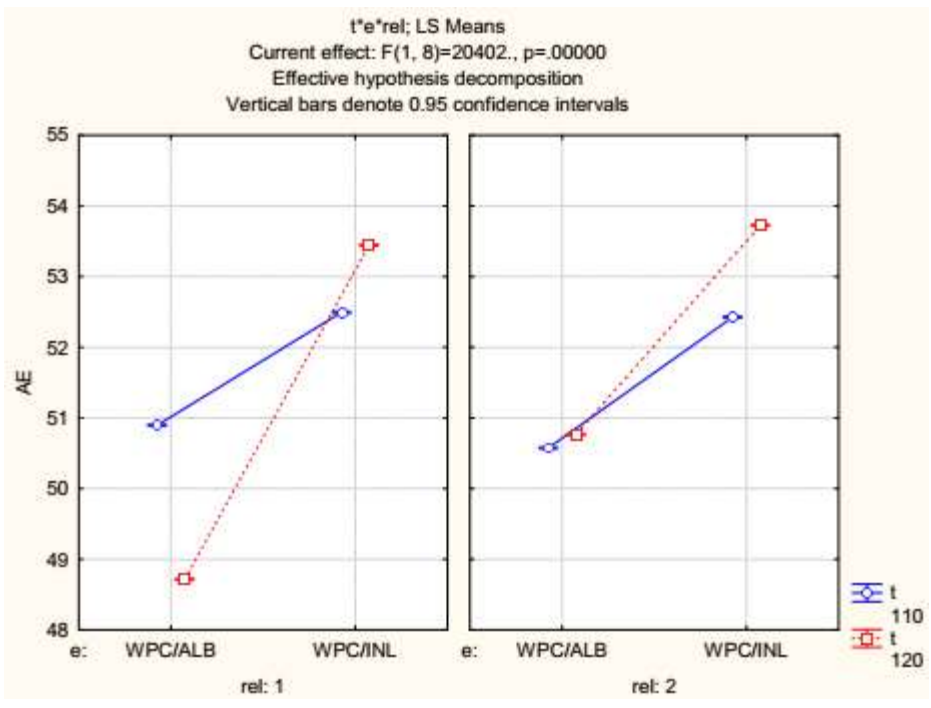
ANEXO 3 Efecto de las condiciones de operación en el rendimiento de los polvos



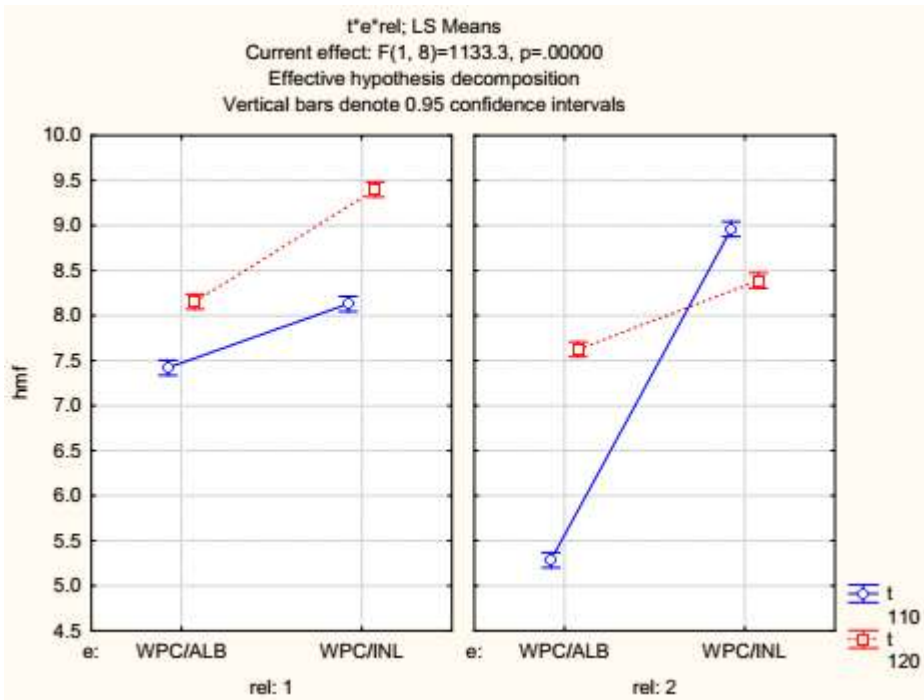
ANEXO 4 Efecto de las condiciones de operación en la solubilidad de los polvos.



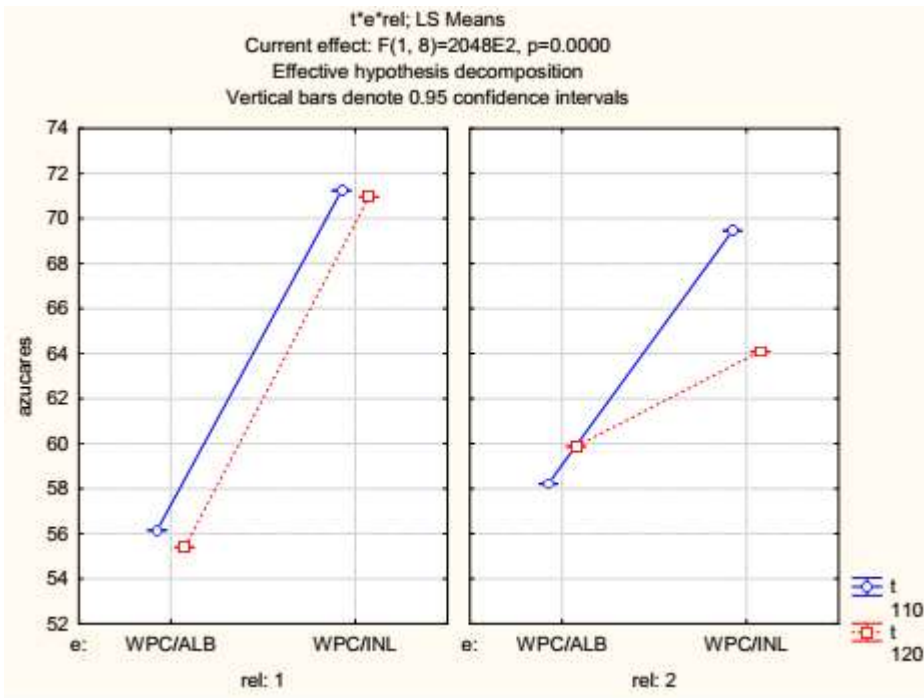
*ANEXO 5 Efecto de la temperatura y la mezcla de encapsulantes en el contenido de humedad en los polvos.*



*ANEXO 6 Efecto de las condiciones de operación en la diferencia total de color*



*ANEXO 7 Efecto de las condiciones de operación sobre el Hidroximetilfurfural.*



*ANEXO 8 Efecto de las condiciones de operación sobre el contenido de azucares totales.*



*ANEXO 9 Prueba sensorial*

## 7 Bibliografía

- Adolfo, R. y Huertas, P. (2009) "Lactosuero: importancia en la industria de alimentos", 62(1), pp. 4967–4982.
- Ángeles, L. (2009) "Dimensionamiento y simulación de un secador por aspersión de nivel piloto", pp. 1–152.
- Apolinário, A. C. *et al.* (2014) "Inulin-type fructans: A review on different aspects of biochemical and pharmaceutical technology", *Carbohydrate Polymers*. Elsevier, 101, pp. 368–378. doi: 10.1016/J.CARBPOL.2013.09.081.
- Bazaria, B. y Kumar, P. (2016) "Food Bioscience Effect of whey protein concentrate as drying aid and drying parameters on physicochemical and functional properties of spray dried beetroot juice concentrate", *Food Bioscience*. Elsevier, 14, pp. 21–27. doi: 10.1016/j.fbio.2015.11.002.
- Bhandari, B. R., Datta, N. y Howes, T. (1997) "Problems Associated With Spray Drying Of Sugar-Rich Foods", (January). doi: 10.1080/07373939708917253.
- Bringas-lantigua, M., Pino, J. A. y Aragüez-fortes, Y. (2016) "Influence of process conditions on the physicochemical properties of honey powder produced by spray drying", 47, pp. 64–69. "Bulk properties" (1977).
- Descamps, N. *et al.* (2013) "Glass transition and flowability / caking behaviour of maltodextrin DE 21", *Journal of Food Engineering*. Elsevier Ltd, 119(4), pp. 809–813. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2013.06.045.
- González, E. y Martínez, O. (2015) "Microencapsulación mediante secado por aspersión de compuestos bioactivos", *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 16(2), pp. 180–192.
- I, I. M. L., I, P. L. y Julián-, D. M. C. (sin fecha) "Avances en la producción de inulina Advances on the inulin production", pp. 352–366.
- Indiarto, R. (2012) "Study the properties of honey powder produced from spray drying and vacuum drying method", 19(3), pp. 907–912.
- Jayasundera, M. *et al.* (2011) "Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods : Solubility , powder production and characterisation", *Food Chemistry*. Elsevier Ltd, 128(4), pp. 1003–1016. doi: 10.1016/j.foodchem.2011.04.006.
- Lazo, L. y Eduardo, F. (2002) "Estudio de la calidad de la miel de abeja *Apis mellifera* L. comercializada en Tegucigalpa, Honduras".
- Lopez, M. J. S. *et al.* (2000) "en miel de abejas de la Provincia de Corrientes Muestras-Localidad Miel de colmena . Estado líquido Procedencia Capital ( Molina Punta ) Saladas Colonia Liebig Bella Vista Mocoetá Mercedes General Paz San Miguel Empedrado Sauce".
- Mirhosseini, H., Amid, B. T. y Cheong, K. W. (2013) "Food Hydrocolloids Effect of different drying methods on chemical and molecular structure of heteropolysaccharide e protein gum from durian seed", *Food hydrocolloids*. Elsevier Ltd, 31(2), pp. 210–219. doi: 10.1016/j.foodhyd.2012.11.005.
- Mondragón, R. *et al.* (2013) "El proceso de secado por atomización: Formación de gránulos y cinética de secado de gotas", *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 52(4), pp. 159–168. doi: 10.3989/cyv.212013.
- N. Gómez, A. López, E. Palou, M. J. (2017) "Determinación de la eficiencia de encapsulación y oxidación del aceite esencial de canela microencapsulado mediante secado por atomización y

evaluación de sus propiedades.”, *Investigación y desarrollo en ciencia y tecnología de alimentos*, 2, pp. 588–594. Disponible en: <http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume2/3/10/96.pdf>.

Oliveira, R. De *et al.* (2012) “INFLUENCE OF THE TIME / TEMPERATURE BINOMIAL ON THE HYDROXYMETHYLFURFURAL CONTENT OF FLORAL HONEYS SUBJECTED TO HEAT TREATMENT Influência do binômio tempo e temperatura nos teores de hidroximetilfurfural em méis florais submetidos ao aquecimento”, pp. 204–209.

Pinto, S. S. *et al.* (2015) “Potential use of whey concentrate and prebiotics as carrier agents to protect Bi fi dobacterium -BB-12 microencapsulated by spray drying”, *FRIN*. Elsevier Ltd, 67, pp. 400–408. doi: 10.1016/j.foodres.2014.11.038.

Polytechnic, A. S. y State, A. (sin fecha) “samples in Aba , Nigeria : ‘ The effect of varying colours ’”, 9633(2013). doi: 10.7439/ijbr.

Saffari, M. M. *et al.* (2005) “APPLYING IRANIAN GUM TRAGACANTH TO IMPROVE TEXTURAL PROPERTIES OF MALTODEXTRIN MICROCAPSULES”, pp. 1–9. doi: 10.1111/j.1745-4603.2012.00359.x.

Samborska, K. y Czelejewska, M. (2012) “THE INFLUENCE OF THERMAL TREATMENT AND SPRAY DRYING ON THE PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF POLISH HONEYS”, pp. 1–7. doi: 10.1111/j.1745-4549.2012.00789.x.

Samborska, K., Gajek, P. y Kami, A. (2015) “Spray Drying of Honey : The Effect of Drying Agents on Powder Properties”, 65(2), pp. 109–118. doi: 10.2478/pjfn-2013-0012.

Samborska, K., Sokołowska, P. y Szulc, K. (2016) “NU SC”, *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. Elsevier B.V. doi: 10.1016/j.ifset.2016.10.002.

Sapper, M., Martínez, N. y Camacho, M. (2015) “Medida de las propiedades físicas de productos de fruta en polvo”, *Grupo de Investigación e Innovación Alimentaria*, pp. 1–19.

Shavakhi, F. *et al.* (2012) “Effects of Enzymatic Liquefaction, Maltodextrin Concentration, and Spray-Dryer Air Inlet Temperature on Pumpkin Powder Characteristics”, *Food and Bioprocess Technology*, 5(7), pp. 2837–2847. doi: 10.1007/s11947-011-0686-4.

Suhag, Y. y Nanda, V. (2016) “Optimization for spray drying process parameters of nutritionally rich honey powder using response surface methodology”, *Cogent Food & Agriculture*. Cogent, 31(1), pp. 1–12. doi: 10.1080/23311932.2016.1176631.

Taylor, P. *et al.* (2013) “Drying Technology : An International Journal Effect of Addition of Whey Protein Isolate on Spray- Drying Behavior of Honey with Maltodextrin as a Carrier Material Effect of Addition of Whey Protein Isolate on Spray-Drying Behavior of Honey with Maltodextr”, (November 2014), pp. 37–41. doi: 10.1080/07373937.2013.783593.

Thomas, L. C. y Schmidt, S. J. (sin fecha) “Thermal Analysis”, pp. 555–571. doi: 10.1007/978-1-4419-1478-1.

Tontul, I. y Topuz, A. (2017) “Trends in Food Science & Technology Spray-drying of fruit and vegetable juices : Effect of drying conditions on the product yield and physical properties”, *Trends in Food Science & Technology*. Elsevier Ltd, 63, pp. 91–102. doi: 10.1016/j.tifs.2017.03.009.

Ulloa, J. A. *et al.* (2010) “La miel de abeja y su importancia”, *Revista Fuente*, 2(4), pp. 11–18.

Umesh Hebbar, H., Rastogi, N. K. y Subramanian, R. (2008) “Properties of Dried and Intermediate Moisture Honey Products: A Review”, *International Journal of Food Properties*, 11(4), pp. 804–819. doi: 10.1080/10942910701624736.