

**UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA/ ESCOLA TÈCNICA  
SUPERIOR D' ENGINYERIA I DEL MEDI NATURAL**



**UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA**



**EAMN**

Escola Tècnica Superior  
d'Enginyeria Agronòmica i del Medi Natural

**TRABAJO FIN DE GRADO:**

**MICROENCAPSULACIÓN DE JUGO DE REMOLACHA (*BETA  
VULGARIS L.*) CON PROTEÍNA DE GUISANTE MEDIANTE  
ATOMIZACIÓN**

**GRADO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LOS ALIMENTOS**

Alumno: Jorge Mancebo Campos

Tutor académico: Javier Martínez Monzó

Cotutora académica: Purificación García Segovia

Directora experimental: Marta Igual Ramo

**Título:** Microencapsulación de jugo de remolacha (*Beta vulgaris L.*) con proteína de guisante mediante atomización

**Autor:** D. Jorge Mancebo Campos

**Localidad y fecha:** Valencia, junio 2020

**Tutores académicos:** D. Javier Martínez Monzó, Dña. Purificación García Segovia

**Directora experimental:** Dña. Marta Igual Ramo

**Resumen:**

La remolacha es una raíz casi esférica de forma globosa con un color morado muy característico, rica en minerales y compuestos bioactivos de entre los que destacan los compuestos fenólicos. Suele usarse en conserva para ensaladas o su zumo en salsas. Su uso en la industria alimentaria principalmente es en polvo como colorante natural. El presente trabajo tiene objeto estudiar el efecto de la adición de proteína de guisante a remolacha licuada como agente encapsulante y la temperatura de atomización, sobre las propiedades fisicoquímicas y estructurales del polvo. La atomización se realizó a 125 y 150 °C y se empleó 3,5 y 7 % de proteína de guisante en las mezclas con la remolacha licuada a atomizar. A las muestras de polvo obtenidas se les determinó humedad, densidad, porosidad, higroscopicidad, color y microestructura. Además, se evaluó los rendimientos de producto y de secado según las condiciones ensayadas. El uso de proteína de guisante en la atomización de jugo de remolacha ha mostrado un comportamiento adecuado para el proceso de atomización de acuerdo a los rendimientos obtenidos y características del producto en polvo. Para la obtención de polvos atomizados de jugo de remolacha, el empleo de una mayor concentración de proteína de guisante produce polvos con mayor rendimiento de producto, más secos, porosos, luminosos, rojizos, saturados y menos higroscópicos. De acuerdo a los resultados obtenidos se recomienda el uso de 7% de proteína de guisante en la mezcla inicial con el jugo de remolacha y 125 °C de temperatura de atomización. La propuesta permite obtener polvos de baja humedad e higroscopicidad, más porosos y con un color morado-rojizo típico de la remolacha.

Palabras clave: microencapsulación; atomización; remolacha; proteína de guisante; propiedades fisicoquímicas

**Resum:**

La remolatxa és una arrel quasi esfèrica de forma globosa amb un color morat molt característic, rica en minerals i compostos bioactius entre els quals destaquen els compostos fenòlics. Sol usar-se en conserva per a ensalades o el seu suc en salses. El seu ús en la indústria alimentària principalment és en pols com a colorant natural. El present treball té com objecte estudiar l'efecte de l'addició de proteïna de pèsol a remolatxa líquida com a agent encapsulant i la temperatura d'atomització, sobre les propietats fisicoquímiques i estructurals de la pols. L'atomització es va realitzar a 125 i 150 °C i es va utilitzar 3,5 i 7% de proteïna de pèsol en les mescles amb la remolatxa líquida a atomitzar. A les mostres de pols obtingudes se'ls va determinar humitat, densitat, porositat, higroscopicitat, color i microestructura. A més, es va avaluar els rendiments de producte i d'assecat segons les condicions assajades. L'ús de proteïna de pèsol en l'atomització de suc de remolatxa ha mostrat un comportament adequat per al procés d'atomització d'acord amb els rendiments obtinguts i característiques del producte en pols. Per a l'obtenció de pols atomitzats de suc de remolatxa, utilitzar una major concentració de proteïna de pèsol produeix pols amb major rendiment de producte, més secs, porosos, lluminosos, vermellós, saturats i menys higroscòpics. D'acord als resultats obtinguts es recomana l'ús de 7% de proteïna de pèsol en la mescla inicial amb el suc de remolatxa i 125 °C de temperatura d'atomització. La proposta permet obtenir pols de baixa humitat i higroscopicitat, més porosos i amb un color morat-vermellós típic de la remolatxa.

Paraules clau: microencapsulació; atomització; remolatxa; proteïna de pèsol; propietats fisicoquímiques

**Abstract:**

Beets are a globose almost spherical root with a very characteristic purple colour, rich in minerals and bioactive compounds, among which phenolic compounds stand out. It is usually used canned for salads or its juice in sauces. Its use in the food industry is mainly powder as a natural dye. The present work aims to study the effect of the addition of pea protein to liquefied beet as an encapsulating agent and the atomization temperature, on the physicochemical and structural properties of the powder. The atomization was carried out at 125 and 150 °C and 3.5 and 7% of pea protein were used in the mixtures with the liquefied beets to be atomized. The dust samples obtained were determined for humidity, density, porosity, hygroscopicity, colour and microstructure. In addition, the product and drying yields were evaluated according to the conditions tested. The use of pea protein in the atomization of beet juice has shown adequate behaviour for the atomization process according to the yields obtained and characteristics of the powdered product. In order to obtain atomized beet juice powders, the use of a higher concentration of pea protein produces powders with a higher product yield, drier, porous, luminous, reddish, saturated and less hygroscopic. According to the results obtained, the use of 7% pea protein in the initial mixture with beet juice and 125 °C atomization temperature is recommended. The proposal allows obtaining powders of low humidity and hygroscopicity, more porous and with a typical reddish-purple colour of beets.

Key words: microencapsulation; spray drying; beet; pea protein; physicochemical properties

## **AGRADECIMIENTOS**

Gracias a Marta por su dedicación, dirección, compromiso y motivación en mi trabajo de fin de grado.

A Puri y a Javi por ser mis referentes en nuestra profesión, por acompañarme en todos los proyectos realizados y por sus consejos y compromiso en mi trabajo de fin de grado.

A Andrea, Jaume, Mar, Pablo, Raúl y Sheila por acompañarme, disfrutar y compartir conmigo esta experiencia.

A Carles por apoyarme y estar conmigo desde los 3 años.

En último lugar, gracias a mis padres, a mi hermano y a Virginia por el apoyo, la ayuda y la paciencia durante los días de escritura.

## **ÍNDICE:**

<b>1. INTRODUCCIÓN:</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1. La remolacha</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1.1. Características, producción y composición</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1.2. Usos</b> .....	<b>2</b>
<b>1.2. Productos en polvo</b> .....	<b>2</b>
<b>1.2.1. Técnicas de obtención de productos en polvo</b> .....	<b>5</b>
<b>1.2.1.1 Secado por aire caliente</b> .....	<b>5</b>
<b>1.2.1.2 Liofilización</b> .....	<b>6</b>
<b>1.2.1.3 Atomización</b> .....	<b>7</b>
<b>1.2.2. Empleo de agentes de carga en la obtención de productos en polvo</b> .....	<b>10</b>
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	<b>12</b>
<b>2.1. Objetivo general</b> .....	<b>12</b>
<b>2.2. Objetivos específicos</b> .....	<b>12</b>
<b>3. PLAN DE TRABAJO</b> .....	<b>13</b>
<b>4. MATERIALES Y MÉTODOS:</b> .....	<b>14</b>
<b>4.1. Materia prima</b> .....	<b>14</b>
<b>4.2. Preparación de la mezcla de alimentación y condiciones de atomización</b> .....	<b>14</b>
<b>4.3. Determinaciones analíticas</b> .....	<b>15</b>
<b>4.4.1. Humedad</b> .....	<b>15</b>
<b>4.4.2. Rendimientos de producto y secado</b> .....	<b>15</b>
<b>4.4.3. Higroscopicidad</b> .....	<b>15</b>
<b>4.4.4. Porosidad</b> .....	<b>16</b>
<b>4.4.5. Propiedades ópticas</b> .....	<b>16</b>
<b>4.4.6. Microscopia electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM)</b> .....	<b>16</b>
<b>4.4.7. Análisis Estadístico</b> .....	<b>17</b>
<b>5. RESULTADOS</b> .....	<b>18</b>
<b>5.1 Parámetros del proceso de atomización</b> .....	<b>18</b>
<b>5.2 Humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad</b> .....	<b>19</b>
<b>5.3 Propiedades ópticas</b> .....	<b>23</b>
<b>5.4 Microscopía electrónica – FESEM</b> .....	<b>25</b>
<b>6. CONCLUSIONES</b> .....	<b>28</b>
<b>7. BIBLIOGRAFÍA</b> .....	<b>29</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Imagen Remolacha ( <i>Beta Vulgaris L.</i> ).....	1
<b>Figura 2:</b> Esquema de un liofilizador. Transferencia de calor y masa en un producto durante la liofilización.....	6
<b>Figura 3:</b> Proceso de atomización (Spray Drying). (1) Atomizador,(2) Spray en contacto con el aire caliente, (3) evaporación de la humedad, (4) Separación del producto atomizado.....	7
<b>Figura 4:</b> Evolución del secado de una gota en el seno de aire caliente del atomizador .....	8
<b>Figura 5:</b> Evolución de los flujos de aire caliente dentro de la cámara de secado. (Derecha) flujo a corriente, (Izquierda) flujo a contra-corriente .....	9
<b>Figura 6:</b> Esquema Mini Spray Dryer Buchi-290 (derecha) procesado de la atomización de jugo de remolacha (izquierda). .....	14
<b>Figura 7:</b> Diagrama esquemático de los principales componentes del microscopio FESEM.....	17
<b>Figura 8:</b> Valores medios y desviación estándar del contenido en agua de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ). .....	19
<b>Figura 9:</b> Valores medios y desviación estándar de la higroscopicidad de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante a 1, 5 y 7 días. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ).....	20
<b>Figura 10:</b> Valores medios y desviación estándar la densidad aparente de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ). .....	21
<b>Figura 11:</b> Valores medios y desviación estándar de la porosidad de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ) .....	22
<b>Figura 12:</b> Muestras atomizadas a diferentes concentraciones de Proteína de Guisante (%PG) y diferentes temperaturas (125 y 150°C).....	25
<b>Figura 13:</b> Fotografía FESEM 100x de las diferentes muestras atomizadas 3,5% PG, 125°C (a); 7% PG, 125°C (b); 3,5% PG, 150°C (c); 7% PG, 150°C (d).....	26
<b>Figura 14:</b> Fotografía FESEM 250x. Efecto de temperatura de las muestras de 3,5% PG 125°C (a), 150°C (b).....	27
<b>Figura 15:</b> Fotografía FESEM 500x. Efecto de temperatura de las muestras de 7% PG 125°C (a), 150°C (b).....	27

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1:</b> Resumen de las principales propiedades del polvo. ....	3
<b>Tabla 2:</b> Resumen de productos de atomización. Fuente propia. ....	15
<b>Tabla 3:</b> Promedios (y desviaciones estándar) de temperatura de salida, rendimientos de producto y rendimientos de secado .....	18
<b>Tabla 4:</b> Coeficientes de correlaciones de Pearson entre los parámetros de atomización, humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad. ....	22
<b>Tabla 5:</b> Valores medios (y desviaciones estándar) de Luminosidad ( $L^*$ ), $a^*$ , $b^*$ , Tono ( $h^*_{ab}$ ) y Cromo ( $C^*_{ab}$ ) .....	23
<b>Tabla 6:</b> Coeficientes de correlaciones de Pearson entre los parámetros de atomización, humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad, y las coordenadas de color ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ , $h^*_{ab}$ y $C^*_{ab}$ ) .....	24
<b>Tabla 7:</b> Diferencia de color entre temperaturas y concentraciones de proteína de guisante ..	24

## 1. INTRODUCCIÓN:

### 1.1. La remolacha

#### 1.1.1. Características, producción y composición

La remolacha (*Beta vulgaris* L.) es una hortaliza dicotiledónea de la familia Chenopodiaceae que se cultiva en Europa y América principalmente y también en Malasia (Ling y Sulaiman, 2018). Es una planta bianual, que se cultiva por el interés comercial de sus gruesas raíces. Se puede decir que es una hierba de raíces tuberosas (Kale *et al.*, 2018) que en el primer año, forma la parte comestible y el segundo ocurre la emisión de tallos florales y la consiguiente formación de frutos y semillas (Díaz, 2002).

El método de siembra más empleado para este cultivo es la siembra directa, ya sea de forma manual o de forma mecanizada (Cisneros y Velázquez, 2005). La siembra se suele realizar en primavera o en otoño. Este cultivo es de clima frío y requiere temperaturas de entre 15-20°C para un crecimiento óptimo (Sitompul *et al.*, 2019). Su producción suele ser mayor en las zonas templadas (Sitompul *et al.*, 2019). La raíz principal (**Figura 1**) madura en 50-60 días (Amnah, 2013).



Figura 1: Imagen Remolacha (*Beta Vulgaris* L.) (Usman y Davidson, 2014)

Por lo que respecta a la morfología (**Figura 1**) es una raíz casi esférica de forma globosa, con un diámetro de entre 5 y 10 cm y un peso de entre 80 y 200 gramos. Su color es variable desde rosáceo a violáceo, anaranjado rojizo o hasta el marrón, la pulpa suele ser de color rojo oscuro y puede presentar, en ocasiones, círculos concéntricos de color blanco, su sabor es dulce, debido a que se acumula gran cantidad de azúcares (Gómez y Cifuentes, 2018). El principal azúcar en la remolacha es la sacarosa con solo pequeñas cantidades de glucosa y fructosa (Kale *et al.*, 2018). Por lo que respecta al aroma de la remolacha, se identifican aromas y sabores terrosos debido al alcohol bicíclico denominado geosmina (Bach *et al.*, 2015).

La remolacha se sitúa entre los 10 vegetales con mayor capacidad antioxidante y se ha reconocido también su actividad bioactiva debido a la gran cantidad de compuestos fenólicos que presenta (Čakarević *et al.*, 2020; Carrillo *et al.*, 2019; Kale *et al.*, 2018).

El color rojo característico de este vegetal, es debido a las altas concentraciones de betalainas, estas son pigmentos solubles en agua que están formados por 2 subgrupos de componentes, los morado-rojo, betacianinas y amarillo-naranja, betaxantinas. Además de su alto potencial antioxidante, estos pigmentos han sido descritos como compuestos que aportan beneficios al



organismo siendo inmunosupresores, antiinflamatorios, hepatoprotectores y antitumorales (Carrillo *et al.*, 2019).

Además de las características previamente citadas, la remolacha de la especie *Beta vulgaris L.* se considera como un buen recurso de fibra dietética, minerales (potasio, sodio, hierro, cobre, magnesio, calcio, fósforo y zinc), vitaminas (retinol, ácido ascórbico y vitaminas del complejo B) y posee un alto valor nutricional debido al alto contenido en glucosa en forma de sacarosa. Según los datos proporcionados por “United States Department of Agriculture (USDA)” en cuanto a macronutrientes, por cada 100 g de remolacha tiene 43 kcal, 9,56 g de hidratos de carbono, 1,61 g de proteínas, 0,17 g de lípidos totales, 2,8 g de fibra dietética total y 6,76 g de azúcares totales (Baião *et al.*, 2016).

### 1.1.2. Usos

Debido a que se ha reconocido como una importante fuente natural de antioxidantes, el volumen de nuevos productos y el procesado de esta se ha incrementado notablemente en los últimos años (Chhikara *et al.*, 2019).

La remolacha se usa cruda en la ensalada o cocinada en guisos, en el este de Europa, la sopa de remolacha es una comida muy popular y la remolacha en escabeche es un alimento tradicional en sur del continente americano. En algunos sándwiches australianos las remolachas se encuentran como ingrediente (Chhikara *et al.*, 2019). También se puede consumir hervida y licuada para extraer su jugo (Vallespir *et al.*, 2018).

A partir de la remolacha se obtienen colorantes naturales que se consideran sustitutivos de los colorantes sintéticos. Los pigmentos extraídos se utilizan para potenciar el color rojo de las pastas de tomate, sopas, salsas, postres, mermeladas, jaleas, helados, yogures, queso procesado y cereales para el desayuno. Además este citado producto se puede utilizar como técnica de marketing en la publicidad aportándole un valor añadido al producto (Chhikara *et al.*, 2019).

En la industria alimentaria, fundamentalmente se encuentra la remolacha deshidratada y posteriormente molida y jugos de remolacha los cuales se pueden secar por pulverización para convertir dicho jugo en polvo (Chhikara *et al.*, 2019). Estos diferentes procesos que tratan a la remolacha, como el secado por calor, la atomización, el congelado o el liofilizado del producto, involucran la deshidratación del producto con la finalidad de su estabilización (Vallespir *et al.*, 2018).

## 1.2. Productos en polvo

Los polvos son materiales de estado sólido particulado que contienen partículas discretas de diferente rango, desde nanómetros hasta milímetros. Actualmente, muchos productos en el mercado se encuentran en forma de polvo así pues, esta industria está creciendo a pasos agigantados en el mundo de la mano de las industrias que fabrican nuevos productos particulados o premezclas de polvo (Bhandari, 2013).

Se pueden originar por la conversión de líquido a polvo por diferentes técnicas, o mediante la reducción de tamaño de materiales sólidos mediante el molido, la pulverización, trituración o desgaste. La superficie de partícula de este tipo de polvos está constituidos por estructuras rotas (Burgain *et al.*, 2017).

El tamaño de partícula, la distribución, la forma, las características superficiales y la densidad de los polvos son muy variables y dependen de las características de las materias primas y de las condiciones de proceso durante su formación. Tienen una gran superficie por unidad de

volumen y son muy higroscópicos. La estabilidad de un polvo en términos físicos y químicos está usualmente desparejados debido al incremento de sorción de humedad. Un resumen de las características de los productos en polvo se muestra en la **Tabla 1** (Bhandari, 2013).

Las propiedades funcionales de los polvos alimentarios como la distribución del tamaño de partícula, la densidad aparente, la fluidez y la solubilidad dependen fuertemente de la heterogeneidad de la superficie, el hinchamiento de la partícula, de la composición de la superficie química o la estructura de la superficie. Esto va a determinar sus propiedades de almacenaje manipulación y sus posibilidades de transporte (Burgain *et al.*, 2017; Nijdam y Langrish, 2006).

Tabla 1: Resumen de las principales propiedades del polvo. Fuente (Bhandari, 2013)

<b>PRINCIPALES PROPIEDADES DEL POLVO</b>	
<b>Estructura de la superficie</b>	Rara vez son lisas, dependiendo el proceso de formación del polvo pueden ser arrugadas, marchitadas, agrietadas abolladas o dentadas. Además como la estructura superficial está rota, las moléculas de esta se van a comportar diferentemente que el interior de la partícula debido a que los enlaces químicos superficiales están insaturados por lo que son más reactivos con el medio y tienen lugar interacciones como por ejemplo con gases o vapor de agua.
<b>Composición de la superficie</b>	Los polvos con compuestos moleculares de bajo peso tendrán superficies suaves, mientras que las macromoléculas tienen una superficie áspera.
<b>Fluidez</b>	Es la facilidad del polvo que tiene para fluir generalmente se hace en un lecho fluidizado (Turchiuli, 2013), depende de 5 importantes energías, la gravitacional, la compresiva, la aerodinámica la vibracional y la mecánica. Y se va a ver influenciada por la Forma de la partícula( regularidad, esfericidad y cargas de esta)
<b>Compresibilidad</b>	Es la respuesta de la compactación de los polvos bajo un estrés bajo y alto, así se predice su comportamiento durante el manejo, empaquetamiento, almacenamiento, transporte y compresión mecánica. Influenciada por el tamaño de partícula, las propiedades de la superficie, humedad, cristalinidad (las partículas amorfas son más compresibles que las cristalinas).
<b>Hidratación</b>	Es la capacidad del polvo para absorber agua y retenerla en la matriz alimentaria. Las componentes de los alimentos como proteínas, hidratos de carbono, grasas y minerales. Pueden absorber moléculas de agua en sus sitios activos. La absorción de agua va a depender de la composición de la mezcla y de la superficie del tamaño de partícula, porosidad interna y estructura molecular. Los polvos con Proteínas o hidratos de carbono de bajo peso molecular tienen propiedades más higroscópicas y se van a disolver más fácilmente mientras que los polvos cristalinos son más difíciles de disolver porque el agua tiene que migrar de la superficie al interior

<b>Reconstitución</b>	Es la capacidad de un polvo en pasar de producto pulverulento a la disolución inicial. Engloba la mojabilidad, el hundimiento, la dispersibilidad y la solubilidad. En partículas aglomeradas, la disolución involucra una disolución simultánea y una disociación de las partículas aglomerados en partículas primarias.
<b>Formación del polvo</b>	El polvo minúsculo proviene de partículas muy finas suspendidas en el aire durante el proceso. Este polvo puede llegar a producir explosiones cuando hay mucha cantidad. Cuando la concentración de polvo en el aire llega a niveles críticos y/o temperaturas de aire-producto en la mezcla llega al límite de inflamabilidad. Aquellos productos con materiales muy inflamables deben ser manipulados en atmósferas inertes
<b>Empaquetamiento</b>	Es la capacidad del polvo a montar un arreglo geométrico con la finalidad de formar un empaque de partículas. Se ve altamente influenciado por el tamaño, la distribución, la forma, la aspereza de la superficie, la cohesividad y las cargas que posee la superficie. Cuando hay pocos espacios vacíos es indicador de que hay un buen empaquetamiento entre las partículas. El mejor empaquetamiento se da cuando las partículas más pequeñas llenan los intersticios y hay efecto de una compresión parcial.
<b>Solubilidad</b>	Es la velocidad y el grado en que los componentes de las partículas de polvo se disuelven en el agua. Los factores que influyen son el tamaño y la densidad de partícula y de sus poros, y las propiedades de superficie. (Sapper <i>et al.</i> , 2015)
<b>Dispersabilidad</b>	Es la facilidad con la que los polvos se disuelven en el agua, referida a la distribución de las partículas individuales en la fase líquida. Los factores que influyen son el tamaño y la densidad de partícula y de sus poros, y las propiedades de superficie (Sapper <i>et al.</i> , 2015).

Los polvos amorfos son aquellos que poseen una estructura molecular desordenada debido a que están por debajo de la temperatura de transición vítrea en un estado no-equilibrio estable cristalino (Aguilera *et al.*, 1995; Bhandari, 2013).

Los polvos amorfos se obtienen por sobreenfriamiento rápido o por una rápida eliminación de solvente. Su procesamiento es muy corto y por ello, no proporciona suficiente tiempo para que las moléculas se alineen y se vuelvan cristalinas. La atomización, es uno de los métodos más comunes utilizados para producir polvos amorfos (Usman y Davidson, 2014).

En la forma amorfa, las moléculas están muy abiertas y porosas, una molécula individual posee más posibilidades para una interacción externa y esto hace que sean capaces de absorber volátiles (Bhandari, 2013). Las partículas son muy inestables termodinámicamente, muy higroscópicas, muy cohesivas, presentan dificultades para fluir y dispersarse, además son más porosas y poseen mayor volumen que las partículas cristalinas y como consecuencia de esto tiene mayor capacidad de sorción de agua (Nurhadi y Roos, 2016).

Muchos productos como los polvos lácteos, los procedentes de jugo de frutas y hortalizas, polvos de miel e hidrolizados en polvo de proteína normalmente tienen una forma amorfa sobre

todo en procesos de formación de productos pulverulentos como es la atomización. Generalmente es debido a que contienen hidratos de carbono amorfos, incluyendo la lactosa (en el caso de los productos lácteos) y todos sus productos de hidrólisis (Schuck, 2013), una baja temperatura de transición vítrea y componentes como azúcares (fructosa, glucosa y sacarosa) o ácidos (cítrico, málico y tartárico) en el caso de los polvos a partir de jugos de frutas (Jiang *et al.*, 2013).

### 1.2.1. Técnicas de obtención de productos en polvo

Los procesos de deshidratación están ampliamente extendidos en la industria alimentaria con la finalidad de obtener productos con una mayor estabilidad y un menor volumen, de este modo el producto se maneja mejor (González *et al.*, 2018). Se basa fundamentalmente en la eliminación total o parcial del agua de la sustancia que la contiene. El proceso de deshidratación involucra muchas operaciones como el prensado, la centrifugación, la evaporación superficial, la ósmosis, la liofilización, la absorción, la adsorción, la congelación y la atomización, entre otros (Fito *et al.*, 2016).

#### 1.2.1.1 Secado por aire caliente

El secado por aire caliente o deshidratación por flujo de aire caliente es una técnica que por medio del calor se elimina el agua que contienen algunos alimentos mediante la evaporación, lo que impide el crecimiento de algunos microorganismos que no pueden vivir en medios secos así como también la inhibición o aminoración de ciertas reacciones químicas debido a la reducción de la actividad del agua ( $a_w$ ) (Xue, 2004). El empleo de aire caliente a altas temperaturas puede afectar a las propiedades sensoriales del producto así como también a su valor nutricional (Pereira *et al.*, 2013).

Entre las variables a destacar de este proceso, las más importantes a controlar son:

**Temperatura y tiempo:** Las temperaturas elevadas tienen la capacidad de acelerar el proceso de deshidratación no obstante la pérdida de calidad de producto vinculada a estas no compensaría la reducción de tiempo del proceso. La cinética del proceso depende de la geometría, del espesor del producto, de las propiedades del aire de secado (humedad relativa ambiental, temperatura y velocidad del flujo de aire)(Pereira *et al.*, 2013).

**El área de la superficie del producto:** a mayor superficie de contacto con el aire caliente más rápido se dará el intercambio de calor.

**La humedad del aire:** cuanto más seco esté el aire mayor será la velocidad de deshidratación porque aumenta la fuerza impulsora para el transporte de masa.

**La influencia del tejido:** las propiedades naturales del tejido son condicionantes para el proceso de deshidratación ya que se producen cambios en el seno del producto que condicionan el secado (Xue, 2004).

Durante el secado por aire caliente, el calor se transmite por convección, desde el aire de secado hasta la superficie del alimento, y por conducción desde la superficie del alimento hasta su interior. La fuerza impulsora para la transferencia de materia por el interior del alimento es el gradiente de potencial químico entre el interior, más húmedo, y la superficie, más seca por estar en contacto con el aire de secado (Barrera, 2007).

### 1.2.1.2 Liofilización

Los secadores por sublimación o liofilizadores (**Figura 2**) son secadores de bandejas a vacío en los cuales la eliminación de la humedad tiene lugar por sublimación del vapor de agua a partir del hielo a alto vacío y temperaturas por debajo de 0°C (Fito *et al.*, 2016).

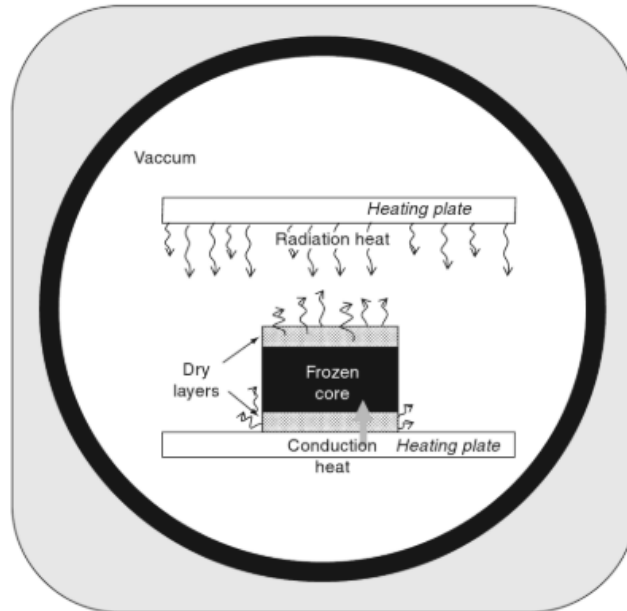


Figura 2: Esquema de un liofilizador. Transferencia de calor y masa en un producto durante la liofilización (Courtois, 2013).

Consiste en 3 fases:

La primera fase es la congelación del alimento a liofilizar, este debe permanecer siempre a temperaturas inferiores de 0°C. El tiempo de congelación va a depender de la composición del alimento, a fines prácticos este proceso se realiza a temperaturas de entre -10°C y -15°C (Viteri, 2009).

La segunda fase se trata de la sublimación, en esta, la mayor parte del agua libre en forma de hielo, va a pasar a vapor. Esto es debido a que las condiciones del proceso se hagan por debajo del punto triple, es decir aquel punto donde coexisten los tres estados físicos (Viteri, 2009), para ello, se hace a una temperatura  $T < 0.0099^{\circ}\text{C}$  y una presión correspondiente a  $P < 610.5 \text{ Pa}$  (Barreto, 1996). En esta fase se elimina alrededor del 90% del agua y elimina el hielo libre (Viteri, 2009).

Al comenzar el proceso, el hielo se sublima de la superficie del producto, retrocediendo el nivel de sublimación dentro de él, teniendo entonces que pasar el vapor por capas ya secas para salir del producto. El calor es requerido en las zonas límites, punto en el cual el hielo pasa de la forma sólida a la gaseosa. Es por ello que el gradiente de temperatura a lo largo del proceso va a requerir que sea siempre mayor. Cabe destacar que es importante no sobrepasar la temperatura máxima admisible para el producto para evitar el descongelamiento y no ocasionar daños al producto (Huaraca, 2011).

La tercera fase lleva a cabo el proceso de desorción, aquí se eliminan las últimas trazas de vapor de agua evaporando el agua no congelada ligada al producto. Para ello, se logran unas condiciones de presión (presión inferior de la presión atmosférica) que permitan el secado del producto a humedades residuales mínimas, de modo que se pueda retirar el agua intramolecular y ligada por absorción. Se lleva a cabo a una temperatura inferior a la de desnaturalización del producto y elimina el 10% de agua ligada restante. Con lo que se puede llegar hasta productos de una humedad del 2% (Amores, 2011).

La liofilización es adecuada para la mayoría de los alimentos pero generalmente se usa para aquellos que no se deshidratan adecuadamente por otros métodos como por ejemplo las frutas y verduras (Fito *et al.*, 2016).

Los alimentos obtenidos por este método conservan las características organolépticas del alimento original y además los productos liofilizados poseen una capacidad de rehidratación más rápida que los productos secados por métodos convencionales. No obstante, los costos de la operación son del orden de 4 veces más que un secado tradicional (Fito *et al.*, 2016).

### 1.2.1.3 Atomización

La atomización o Spray Drying (**Figura 3**) implica deshidratar gotas finamente atomizadas en un medio convectivo caliente, convirtiendo las gotas en partículas sólidas y finas. La principal ventaja de este proceso es la capacidad de deshidratar el material de alimentación líquido y simultáneamente producir dicho material en forma de partículas microscópicas.

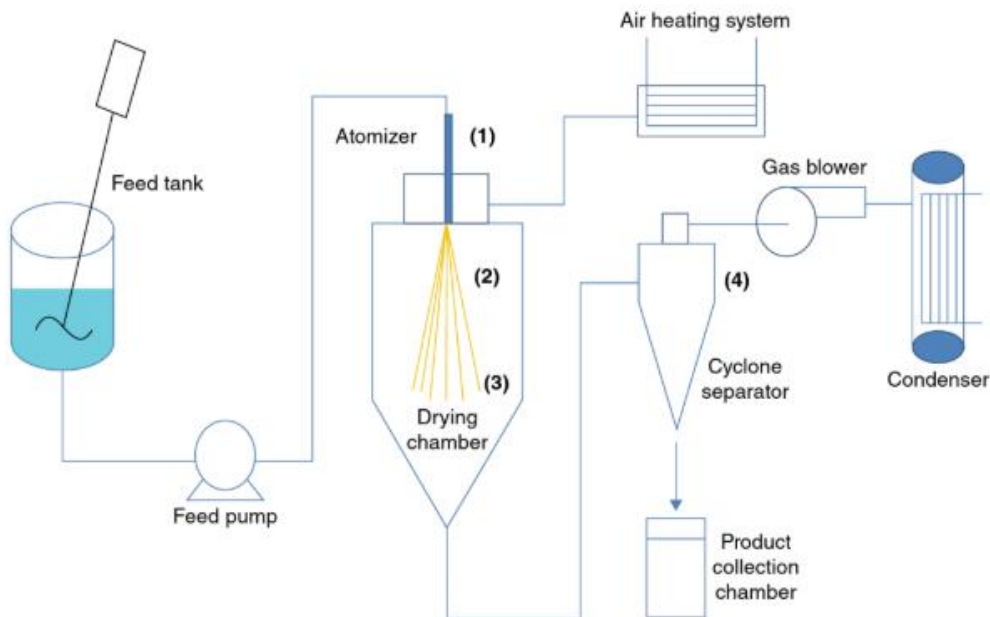


Figura 3: Proceso de atomización (Spray Drying). (1) Atomizador, (2) Spray en contacto con el aire caliente, (3) evaporación de la humedad, (4) Separación del producto atomizado (Anandharamakrishnan y Padma, 2015)

El líquido a atomizar debe ser lo más homogéneo posible, es por eso que debe estar en agitación continua. A través de una bomba de alimentación, este fluido va a entrar dentro de la cámara de secado en forma de pequeñas partículas atomizadas donde se va a juntar con el aire caliente de dentro de la cámara donde van a suceder dos hechos simultáneos, la transferencia de calor, y la transferencia de masa. Generalmente, los atomizadores utilizan boquillas giratorias, boquillas a presión o boquillas de dos fluidos para introducir el producto a pulverizar dentro de la cámara de secado (Costa *et al.*, 2015; Woo, 2013).

El resultado de la atomización viene dado por la aplicación de energía que actúa en el líquido hasta tal punto que causa su ruptura y desintegración para dividir la gota en millones de partículas individuales, de este modo crea una niebla de gotas en spray dentro de la cámara, donde se encuentra el flujo de aire caliente (Costa *et al.*, 2015).

Dentro de la cámara de secado, el calentamiento de la gota se debe a la diferencia de temperaturas entre la superficie de la gota y el aire caliente. Este gradiente de temperaturas dentro de la gota es típicamente inapreciable, por lo que la gota posee una temperatura uniforme debido a su pequeño tamaño de partícula junto con el gran ratio de calentamiento que niega cualquier posibilidad de distribución de temperaturas en el seno de la partícula.

El tamaño de la gota, va a verse disminuido debido a la pérdida de humedad de la misma (Anandharamakrishnan y Padma, 2015). Mientras que la gota pierde humedad, la superficie se empieza a solidificar y la formación sólida de la partícula se empieza a propagar hacia adentro (**Figura 4**). Como consecuencia, la humedad se va propagando hacia afuera de esta. En esta fase, la resistencia a la pérdida de humedad se vuelve significativa lo que resulta en una caída del periodo de secado. Debido al menor efecto de enfriamiento porque la partícula pierde menos humedad, la temperatura de esta aumenta hasta acercarse a valores de la temperatura del aire de salida.

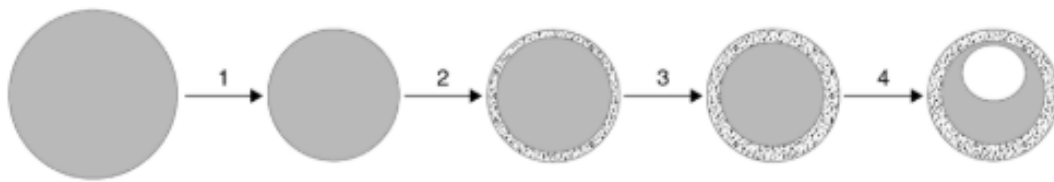


Figura 4: Evolución del secado de una gota en el seno de aire caliente del atomizador (Anandharamakrishnan y Padma, 2015).

El atomizado, es uno de los métodos más usados para producir polvos amorfos. Las moléculas de estructura molecular parecida, como la glucosa o la fructosa o las maltodextrinas de la sacarosa pueden prevenir o retrasar la cristalización y promover la estructura amorfa durante el secado (Woo, 2013).

Por lo que respecta al movimiento del aire dentro de la cámara de secado, se identifican los siguientes flujos (**Figura 5**):

El flujo a corriente, ampliamente extendido por la industria alimentaria, consiste en que las gotas se mueven dentro de la cámara de atomización en dirección del flujo del aire. El primer contacto aire-gota hace que haya un rápido incremento de temperatura haciendo así una evaporación muy efectiva en los momentos iniciales del contacto. Posteriormente y a lo largo de la cámara la temperatura del flujo de aire es un poco inferior. Por lo tanto este tipo de flujo hace que la gota tenga una exposición mínima a altas temperaturas.

Por otra parte, en el flujo a contra-corriente las gotas se mueven en dirección contraria a la entrada del flujo de aire. Las gotas van a tener un aumento de temperatura progresivo a medida que se mueven por la cámara de secado siendo al final de esta la temperatura más alta. Este tipo de flujo hace que la partícula esté sometida mayor tiempo en contacto con las altas temperaturas (Woo, 2013).

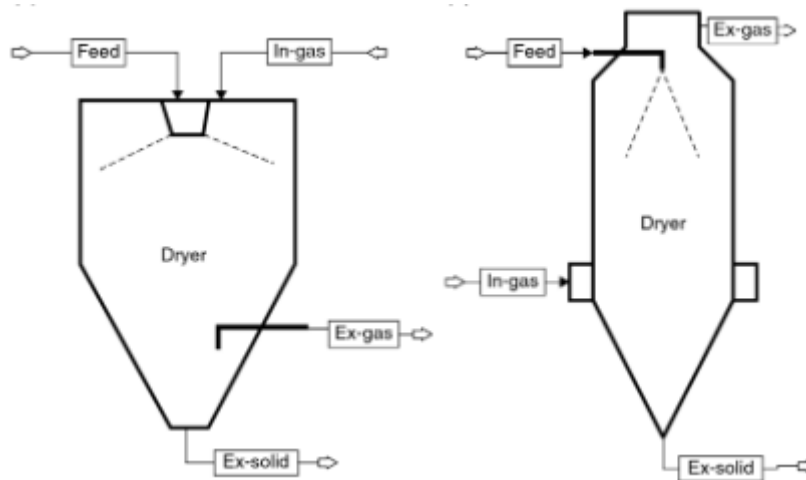


Figura 5: Evolución de los flujos de aire caliente dentro de la cámara de secado. (Derecha) flujo a corriente, (Izquierda) flujo a contra-corriente (Anandharamakrishnan y Padma, 2015)

En cuanto a la separación de las partículas, a menudo las cámaras de secado tienen un fondo cónico para facilitar la recolecta del polvo seco. La corriente de gas cargada con la humedad evaporada se extrae mediante aspiración en el centro del cono sobre el fondo cónico y se expulsa a través de una salida lateral. Así mismo, el producto pulverulento pasa a un colector seco, es decir, un recipiente donde se van a depositar las partículas atomizadas creadas (Anandharamakrishnan y Padma, 2015).

Hay tres tipos de colectores secos: el separador ciclónico, el filtro de bolsa y el precipitador electrostático y se va a escoger uno u otro en función del tamaño de partícula arrastrada por el gas. Para este estudio se ha dispuesto de un separador ciclónico.

El separador ciclónico a menudo está integrado con el atomizador, es un aparato mecánico estacionario que utiliza la fuerza centrífuga para separar las partículas sólidas del gas. Consiste en una parte cilíndrica superior, denominada barril, y una parte cónica inferior, denominada cono. La corriente de gas, cargada con partículas sólidas, dejando la cámara de secado, ingresa tangencialmente en la parte superior del barril y se desplaza hacia abajo en el cono, formando un vórtice externo. La creciente velocidad del aire en el vórtice externo ejerce una fuerza centrífuga sobre las partículas, separándolas de la corriente de gas. Cuando la corriente de gas llega al fondo del cono, se crea un vórtice interno, invirtiendo su dirección y saliendo en la parte superior como un gas limpio y consecuentemente, las partículas caen en la cámara de recolección, que está unida al fondo del ciclón (Anandharamakrishnan y Padma, 2015).

A pesar del cuidadoso diseño de los dispositivos de dispersión es inevitable la formación de partículas de distintos diámetros. La fracción constituida por partículas de gran tamaño sedimenta al fondo de la cámara de secado, de donde se retiran convenientemente (Fito *et al.*, 2016).

Este proceso requiere mucha energía para transformar un producto líquido en polvo, y por otra parte, otra variable a tener en cuenta es que en la industria alimentaria, puede haber desnaturalizaciones proteicas, presencia de partículas chamuscadas o aglomeradas y producto en polvo obstruido en la cámara de secado. Estos efectos, ocurren típicamente a temperaturas mayores de 90-100°C (Camino-Sánchez *et al.*, 2020).



Esta técnica se caracteriza por su alto rendimiento respecto a los métodos convencionales y su reducido tiempo de contacto del producto a altas temperaturas. Esto, consecuentemente reduce los daños térmicos al producto (Costa *et al.*, 2015). Además, las formulaciones de productos en polvo, no necesitan una posterior esterilización, tiene menores costos de envío y almacenamiento, tienen mayor vida útil y estabilidad (Camino-Sánchez *et al.*, 2020).

Además la técnica de atomización se ha utilizado vastamente para microencapsular componentes ya que esta es la que menos daño le produce a las características del producto. Este término se define como un conjunto de técnicas que permiten el desarrollo de formulaciones donde el contenido interior es protegido y la liberación de este puede ser modificada con la finalidad de actuar en un determinado lugar para un determinado periodo y a una determinada velocidad. En este proceso hay una encapsulación de un sólido, líquido o gas en una matriz polimérica u otra sustancia que pueda formar un involucro. La microencapsulación protege a la sustancia de las condiciones ambientales, estabiliza las sustancias sensibles, elimina incompatibilidades, gestiona las sustancias tóxicas de un modo más seguro y desarrolla dosis con una liberación modificada (Costa *et al.*, 2015).

En la industria alimentaria la microencapsulación se usa para mejorar las propiedades del material encapsulado enmascarando las características organolépticas no deseables (sabor, olor, color) de ciertos materiales, en la transformación del estado físico de las sustancias para una mejor manipulación y reducir la volatilidad, parando la pérdida de sustancias, incrementando el periodo de conservación y protege las sustancias de agentes climáticos como la luz humedad calor y oxígeno (Costa *et al.*, 2015).

En el proceso de microencapsulación por atomización las partículas están formadas por dos componentes, el central o el material del núcleo y el material encapsulante o cáscara. El núcleo se compone por una o más sustancias activas y el encapsulante o agente de carga es aquel que protege las sustancias (Costa *et al.*, 2015).

### 1.2.2. Empleo de agentes de carga en la obtención de productos en polvo

Los agentes de carga pueden ser hidratos de carbono (almidón, maltodextrinas, dextranos, sacarosa, celulosa y derivados), gomas (goma arábiga, agar, carragenano, etc.), lípidos (ceras, parafina, diglicéridos) y proteínas (gluten, caseínas, albúminas, hemoglobinas y péptidos). De estos los polímeros de alto peso molecular y con temperatura de transición vítrea alta (Tg) son los más ampliamente usados, como la maltodextrina, goma arábiga y almidón modificado (Costa *et al.*, 2015).

Solucionan problemas como una alta higroscopicidad del polvo, que va a dar lugar a fenómenos de pegajosidad y apelmazamiento y finalmente pueden llegar al colapso, caracterizado por una pérdida de estructura y una disminución drástica de porosidad, lo cual va a afectar a la retención de aromas y a la capacidad de rehidratación (Sapper *et al.*, 2015).

En la atomización, los agentes de carga presentan una solución más que efectiva para aquellos productos que presentan una temperatura de transición vítrea muy baja y así como también componentes en su composición los cuales cristalicen de forma muy rápida ocasionando adherencias entre partículas de polvo y adherencias de las partículas a la cámara de secado. Además la incorporación de estos solutos van a aportar baja viscosidad a la mezcla con lo que va a garantizar una pulverización correcta de producto por el atomizado. De esta manera, sin ellos el rendimiento del proceso de la atomización sería muy bajo (Luján, 2013).

Los agentes de carga en la atomización, por tanto van a aumentar la temperatura de transición vítrea, mediante los componentes del mismo ya sean, hidratos de carbono de alto peso molecular, proteínas, grasas o gomas. Y con ello van a aumentar el rendimiento del proceso de atomización.

En este trabajo se presenta la proteína de guisante como alternativa para agente de carga. Las legumbres por sus perfiles nutricionales son ricas en proteínas, fibra, vitaminas y minerales (Freire *et al.*, 2019). En concreto, el guisante (*Pisum sativum*) se ha convertido en una alternativa popular a la proteína debido a su alto contenido en proteína así como también por su versatilidad, sostenibilidad, valor nutricional y su poca tendencia a alergias alimentarias (Trikusuma *et al.*, 2020).

Las proteínas de guisante son una fuente de lisina, componentes biológicos activos como lectinas dietéticas con propiedades que promueven la salud o péptidos bioactivos anti-fúngicos (Freire *et al.*, 2019). Además los aislados de proteína de guisante se han utilizado para mejorar la calidad nutricional de los productos alimenticios debido a sus propiedades de solubilidad, gelificación emulsificación y espumación. La sustitución de proteínas animales por fuentes de proteínas alternativas como las de guisante, se propone como suministro de alimentos más sostenibles en el futuro (Freire *et al.*, 2019; Sheikholeslami *et al.*, 2018).

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Objetivo general**

En este trabajo se pretende estudiar el efecto de la adición de proteína de guisante a remolacha licuada como agente encapsulante y la temperatura de atomización, sobre las propiedades fisicoquímicas y estructurales del polvo.

### **2.2. Objetivos específicos**

- Recopilar información acerca de la atomización de productos vegetales ricos en azúcar, posibles agentes de carga para emplear, propiedades de los productos en polvo y sus metodologías.
- Determinar los rendimientos de proceso y de producto de los atomizados obtenidos.
- Determinar la humedad, higroscopicidad, densidad aparente y porosidad de los atomizados obtenidos.
- Determinar las propiedades ópticas de los atomizados obtenidos.
- Observar las características microestructurales de los atomizados.
- Evaluar el efecto de la temperatura de proceso y la concentración de proteína de guisante sobre las propiedades de los atomizados determinadas.

### **3. PLAN DE TRABAJO**

El plan de trabajo y tareas específicas para conseguir los objetivos planteados son:

- Revisión bibliográfica.
- Diseño y realización de los atomizados a diferente temperatura y con diferentes concentraciones de proteína de guisante.
- Determinación de los rendimientos de proceso y de producto de los atomizados obtenidos.
- Determinación de la humedad, higroscopicidad, densidad aparente y porosidad de los atomizados obtenidos.
- Determinación las propiedades ópticas de los atomizados obtenidos.
- Estudio de la microestructura de los atomizados obtenidos.
- Desarrollo de los resultados y discusión.
- Propuesta de conclusiones y recomendaciones.

## 4. MATERIALES Y MÉTODOS:

### 4.1. Materia prima.

La remolacha (*Beta vulgaris* L.) fue adquirida en un mercado local de Valencia y la proteína de guisante (Nutralys S85F) fue suministrada por la empresa Roquette S.L. (Valencia, España).

### 4.2. Preparación de la mezcla de alimentación y condiciones de atomización.

La remolacha fue previamente lavada y licuada. Se registraron las masas de remolacha y de licuado obtenido para poder determinar las pérdidas en la etapa de licuado. Para el proceso de atomización, la remolacha licuada fue mezclada con una disolución de proteína de guisante. Las concentraciones de proteína de guisante en la disolución final fueron de 3,5 y 7%. La incorporación de la proteína de guisante para elaborar la disolución inicial se realizó en un agitador magnético (Schott Ibérica, España) a 750 rpm, hasta obtener una disolución homogénea. Una vez preparada la disolución, 200 g de cada una de ellas se mezcló con 200 g de licuado de remolacha. Una vez realizada la mezcla, esta fue agitada hasta la homogenización completa para obtener las disoluciones finales. Posteriormente fueron congeladas a  $-45^{\circ}\text{C}$  hasta su atomización. Para ello, las mezclas se mantuvieron en nevera durante 24 h antes de su procesado. Previo a la atomización se midieron los  $^{\circ}\text{Brix}$  con un refractómetro (ATAGO, Japan). Para la atomización de las muestras se empleó un atomizador Buchi-mini (B-290, Suiza) como se muestra en la **Figura 6**. La velocidad de aspiración, el flujo del alimento y el aire de atomización fueron de  $35\text{ m}^3/\text{h}$ ,  $9\text{ mL}/\text{min}$  y  $473\text{ L}/\text{h}$ , respectivamente. Las temperaturas de entrada empleadas en la atomización fueron  $125$  y  $150^{\circ}\text{C}$ . Una vez finalizada la experiencia y cuando la temperatura de entrada fuera inferior a  $50^{\circ}\text{C}$ , las muestras atomizadas fueron recogidas del recipiente recolector acoplado al atomizador.

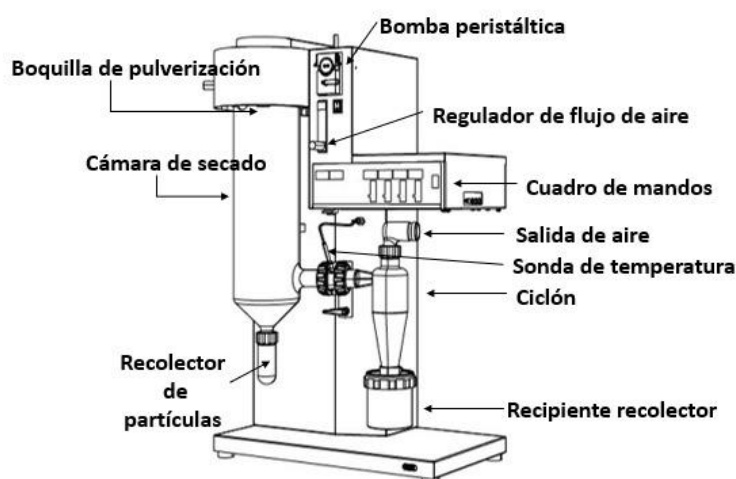


Figura 6: Esquema Mini Spray Dryer Buchi-290 (derecha) procesado de la atomización de jugo de remolacha (izquierda). Elaboración propia.

De esta manera se obtuvieron los productos atomizados que se indican en la **Tabla 2** bajo las condiciones indicadas.

Tabla 2: Resumen de productos de atomización. Fuente propia.

Atomizado	% Proteína Guisante	Temperatura atomización (°C)
<b>3,5PG125</b>	3,5	125
<b>3,5PG150</b>	3,5	150
<b>7PG125</b>	7	125
<b>7PG150</b>	7	150

### 4.3. Determinaciones analíticas

#### 4.4.1. Humedad

El contenido de agua en el polvo atomizado ( $x_w$ ) se determinó por triplicado mediante el método gravimétrico en una estufa a vacío (VACIOTEM, JP Selecta, España). Para ello se colocó una masa conocida de polvo y permaneció durante 48 h a  $70 \pm 1$  °C a vacío hasta alcanzar peso contante (AOAC, 2000) (AOAC, 2000). Según la ecuación 1 se calculó  $x_w$  (g<sub>agua</sub>/g<sub>producto</sub>).

$$x_w = \frac{P_m - P_{ms}}{P_m} \quad (1)$$

Donde  $P_m$  es la masa en g de la muestra y  $P_{ms}$  es la masa en g de la muestra seca.

#### 4.4.2. Rendimientos de producto y secado

Una vez obtenidos los atomizados fueron pesados y se determinaron los rendimientos de producto y secado (ecuaciones 2, 3 y 4).

$$Rto\ producto = \frac{m_p}{m_m} \cdot 100 \quad (2)$$

$$Rto\ secado = \frac{masa\ agua\ perdida}{m_m} \cdot 100 \quad (3)$$

$$masa\ agua\ perdida\ (g) = m_m - \{[(m_s - m_s^p) \cdot x_w] + (m_s - m_s^p)\} - m^p \quad (4)$$

Donde  $m_p$  es masa del polvo atomizado (g),  $m_m$  es la masa de la muestra a atomizar (g),  $m_s$  es la masa de sólidos en el producto que entra al atomizador (g),  $m_s^p$  es la masa de sólidos en el polvo (g),  $m_r$  es la masa de la remolacha (g),  $m_l$  es la masa del licuado de remolacha (g) y  $x_w$  es la humedad del polvo en base seca.

#### 4.4.3. Higroscopicidad

Para determinar la higroscopicidad de las muestras se introdujeron a una cámara a 25 °C con una sal saturada de  $Na_2SO_4$  (81% de humedad relativa) y se registró la variación del peso durante 1, 5 y 7 días. La higroscopicidad se expresó como g de agua ganada/100 g de materia seca (ecuación 5) (Cai y Corke, 2000; Igual *et al.*, 2014).

$$Hg = \frac{m_{mt} - m_m}{m_m \cdot (1 - x_w)} \cdot 100 \quad (5)$$

Donde  $m_{mt}$  es la masa a muestra después de 1, 5 ó 7 días (g),  $m_m$  es la masa muestra inicial (g) y  $x_w$  es la humedad de inicio de la muestra.

#### 4.4.4. Porosidad

La porosidad, volumen de aire respecto al volumen total, se obtuvo según la ecuación 6. La densidad real fue determinada empleando un picnómetro de gases (AccPyc 1330, Micromeritics, Norcross, USA) y la densidad aparente con el uso de una probeta y una balanza de acuerdo (Agudelo *et al.*, 2017).

$$\varepsilon = \frac{\rho - \rho_{ap}}{\rho} \quad (6)$$

#### 4.4.5. Propiedades ópticas

Para estudiar las propiedades ópticas del polvo atomizado se midió el espectro de reflexión con un espectrocolorímetro (Minolta, CM3600-D, Spain). Se utilizó el espacio de color CIE L\*a\* b\* para obtener las coordenadas de color, donde L\* es luminosidad, a\* cromaticidad en el eje de verde (-) a rojo (+) y b\* cromaticidad en el eje de azul (-) a amarillo (+), empleando iluminante de referencia D65 y observador 10°. A partir de las coordenadas se calculó la tonalidad ( $h_{ab}^*$ , ecuación 7), Croma ( $C_{ab}^*$ , ecuación 8). Por otro lado, se calculó la diferencia de color ( $\Delta E^*$ , ecuación 9) entre las muestras para observar diferencias entre temperaturas y concentraciones de proteína de guisante.

$$h_{ab}^* = \arctg \frac{b^*}{a^*} \quad (7)$$

$$C_{ab}^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad (8)$$

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (9)$$

Para la medida se utilizó un soporte circular de 11 mm de diámetro y 5,5 mm de altura, en el cual se colocó la muestra y se comprimió con la finalidad de obtener una superficie uniforme y disminuir la porosidad manteniendo el mismo espesor para así poder garantizar resultados reproducibles. Posteriormente, para la medida de color, se colocó un vidrio óptico (CR-A51, Minolta, Japón) entre la muestra y la lente del espectrocolorímetro con una ventana de medición de 6 mm de diámetro.

#### 4.4.6. Microscopia electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM)

El estudio de la superficie de las partículas de polvo obtenido se realizó mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM). Este sistema es capaz de ofrecer una amplia variedad de información procedente de la superficie de la muestra, con mayor resolución y con un rango de energía mucho mayor que un SEM convencional.

El FESEM instalado en el Servicio de Microscopía de la U.P.V. es el modelo ULTRA 55 de la marca ZEISS y se empleó en la obtención de las imágenes un detector de electrones secundarios SE2. Este detector ofrece la imagen de la topografía de la superficie de la muestra con una gran profundidad de campo. Se eligió por ser el más adecuado para navegar por la muestra a bajos aumentos buscando puntos de interés y estudiar muestras la información topográfica de las partículas encapsuladas.

La **Figura 7**, muestra el diseño típico de un FESEM, que involucra la pistola de electrones (la fuente de electrones y el ánodo acelerador), las lentes electromagnéticas para focalizar los electrones, una cámara de vacío albergando la muestra y una selección de detectores para recoger las señales emitidas de la muestra.

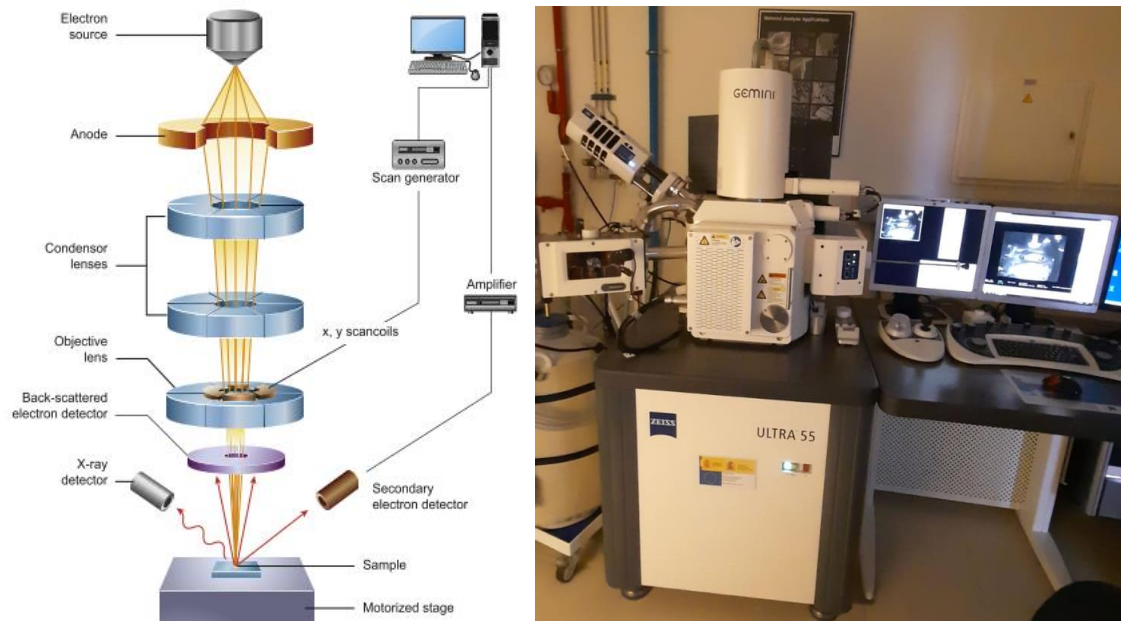


Figura 7: Diagrama esquemático de los principales componentes del microscopio FESEM. Fuente: (Inkson, 2016)

#### 4.4.7. Análisis Estadístico

Para el estudio estadístico de los resultados obtenidos se realizó un análisis estadístico mediante ANOVA simple o multifactorial para evaluar la significación de los factores en estudio. Para ello, se utilizó el paquete estadístico Statgraphics Centurión XVII (StatisticalGraphics Corp., Orkille, USA). Se utilizó el nivel de confianza del 95% y cuando se observaron diferencias significativas, se analizaron las diferencias entre los niveles mediante el análisis de contraste múltiple de rango LSD. Además se realizaron correlaciones de Pearson con un nivel de confianza del 95% con el mismo paquete estadístico.



## 5. RESULTADOS

Previo al proceso de atomización las muestras deben ser líquidas para poder ser succionadas por la bomba y arrastradas por los tubos conectores. Para ello la remolacha fue licuada, obteniendo un rendimiento del jugo del 62 (3) % y 14,2 (0,2) °Brix (valores medios y desviación entre paréntesis). El resto corresponde a un residuo con un mayor contenido en fibra que fue separado para llevar a cabo el ensayo.

### 5.1 Parámetros del proceso de atomización

En la **Tabla 3**, se muestran las diferentes temperaturas de salida, rendimientos de producto y rendimientos de secado de las muestras atomizadas a diferentes temperaturas y concentraciones de proteína de guisante. En general, los valores obtenidos para los citados parámetros característicos del proceso de atomización se encuentran en el mismo rango que los presentados por otros estudios en matrices vegetales (Agudelo *et al.*, 2017; González *et al.*, 2018; Igual *et al.*, 2014).

*Tabla 3: Promedios (y desviaciones estándar) de temperatura de salida, rendimientos de producto y rendimientos de secado*

% Proteína		T (°C)	T salida (°C)	Rto. Producto (%)	Rto. Secado (%)
Guisante (PG)					
3,5		125	74,0 (0,6) <sup>c</sup>	3,52 (0,04) <sup>d</sup>	82,012 (0,009) <sup>b</sup>
7		125	71,2 (1,5) <sup>d</sup>	4,37 (0,02) <sup>c</sup>	79,568(0,003) <sup>c</sup>
3,5		150	94,3 (1,2) <sup>b</sup>	4,65 (0,05) <sup>b</sup>	82,256 (0,005) <sup>a</sup>
7		150	96,2 (0,4) <sup>a</sup>	5,57 (0,05) <sup>a</sup>	79,315 (0,003) <sup>d</sup>

*La letra indicada en superíndice dentro de las columnas hace referencia a los grupos homogéneos establecidos por ANOVA ( $p < 0,05$ )*

En cuanto a la temperatura de salida del producto se observa una marcada diferencia si la temperatura de entrada del jugo de remolacha es 125 ó 150 °C. Al realizar el ANOVA multifactorial se puede observar que hay una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la adición de proteína de guisante a la muestra de jugo de remolacha y la temperatura de atomización. Cuando se atomizó a 125 °C, el incremento de la proteína de guisante provocó un descenso significativo ( $p < 0,05$ ) de la temperatura de salida del producto atomizado. Sin embargo, al atomizar a 150 °C, el incremento de concentración de proteína de guisante en la mezcla provocó un aumento significativo ( $p < 0,05$ ) de la temperatura de salida del atomizado.

Los valores obtenidos de rendimiento de producto son similares a los reportados por otros estudios (Agudelo *et al.*, 2017; González *et al.*, 2018). En general, se puede observar en la **Tabla 3** el efecto de la temperatura de atomización sobre el rendimiento de producto, siendo significativamente ( $p < 0,05$ ) mayor a temperaturas mayores de atomización. Así mismo, un mayor contenido de proteína de guisante en la mezcla provocó un rendimiento de producto significativamente ( $p < 0,05$ ) mayor. Únicamente se detectaron en el ANOVA multifactorial los efectos simples de los factores explicados como significativos sin observarse interacciones entre los mismos. Otros estudios muestran también estos dos comportamientos en muestras de

remolacha atomizadas con maltodextrina (Bazaria y Kumar, 2018) y miel atomizada con goma arábica (Suhag *et al.*, 2016).

Finalmente, en cuanto al rendimiento de secado, en general se observa que las muestras con mayor proporción de proteína de guisante en el jugo de remolacha tienen menores rendimientos de secado. Este efecto también fue observado por otros autores con otros agentes de carga (Agudelo *et al.*, 2017). Al realizar el ANOVA multifactorial se puede observar una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la cantidad de proteína de guisante añadida al jugo de remolacha y la temperatura de atomización. En ambas temperaturas de atomización (125 y 150 °C) se observa un descenso significativo ( $p < 0,05$ ) en el rendimiento de secado cuando se incrementa la cantidad de proteína. Cabe destacar, que a 125 la disminución de rendimiento fue más acusada.

## 5.2 Humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad

En la **Figura 8** se muestra el contenido en agua de los atomizados obtenidos. Los valores obtenidos son similares a los presentados por otros autores en productos atomizados a partir de lulo (Iguar *et al.*, 2014), concentrado de naranja (Goula y Adamopoulos, 2010) y pomelo (González *et al.*, 2018) con diferentes agentes de carga como maltodextrina o goma arábica. En el presente estudio, se puede observar que las muestras con menores concentraciones de proteína de guisante presentaron mayores valores de humedad y las de mayor contenido de proteína de guisante mostraron menor contenido de agua. Al realizar el ANOVA multifactorial se puede observar que existe una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la adición de proteína de guisante en el jugo de remolacha y la temperatura de atomización. Cuando se atomizó a 125 °C, el incremento de proteína de guisante en la mezcla disminuyó drásticamente y significativamente ( $p < 0,05$ ) la humedad del polvo final. Sin embargo, al aumentar la temperatura de atomización (150 °C) el uso de mayor concentración de proteína de guisante en la mezcla inicial disminuye la humedad del polvo de manera significativa ( $p < 0,05$ ) pero no tan acusada como en el caso anterior. Mayores concentraciones de agentes de carga en las mezclas para ser atomizadas disminuyen la humedad de los productos en polvo obtenidos mediante atomización.

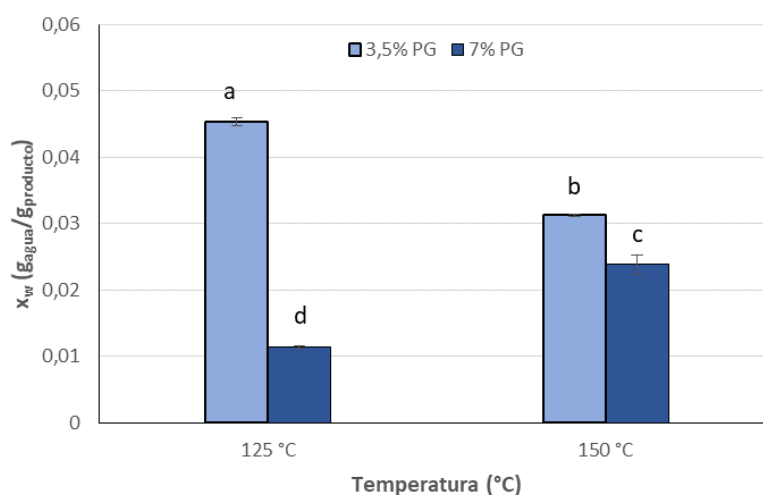


Figura 8: Valores medios y desviación estándar del contenido en agua de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ).

En la **Figura 9** se muestra la higroscopicidad de las diferentes muestras de los atomizados obtenidos a 1, 5 y 7 d. Por lo general, en todos a todos los tiempos estudiados, las muestras con menores concentraciones de proteína de guisante presentan mayor higroscopicidad y las de mayor contenido en proteína de guisante mostraron menores ganancias de agua al igual que sucede en otros agentes encapsulantes como la maltodextrina en remolacha (Bazaria y Kumar, 2018) o pigmentos betacianínicos (Rodríguez-Hernández *et al.*, 2005) o con goma arábica y maltodextrina en lulo (Iguar *et al.*, 2014). Al realizar un ANOVA multifactorial, se observa que no existen interacciones significativas ( $p > 0,05$ ) entre la adición de proteína de guisante en el jugo de remolacha y la temperatura de atomización en ningún tiempo estudiado. Los valores de higroscopicidad de los atomizados mantenidos durante 1 día a 81% de humedad relativa de las muestras atomizadas a 125 °C fueron superiores a las atomizadas a 150 °C. Esta tendencia fue observada por otros autores en atomizados de pomelo con goma arábica y fibra de bambú, quienes exponen que las temperaturas intermedias hacen que las muestras presenten valores más elevados de higroscopicidad (Agudelo *et al.*, 2017). Las muestras atomizadas a 125°C siguen absorbiendo agua del ambiente hasta el día 7, sin embargo las muestras atomizadas a 150°C absorbieron agua hasta el día 5 y después se mantuvieron. Por otro lado, los atomizados con menor concentración de proteína de guisante en el jugo de remolacha, presentaron valores de higroscopicidad más altos a diferencia de las que poseen mayor contenido de proteína de guisante, para una misma temperatura.

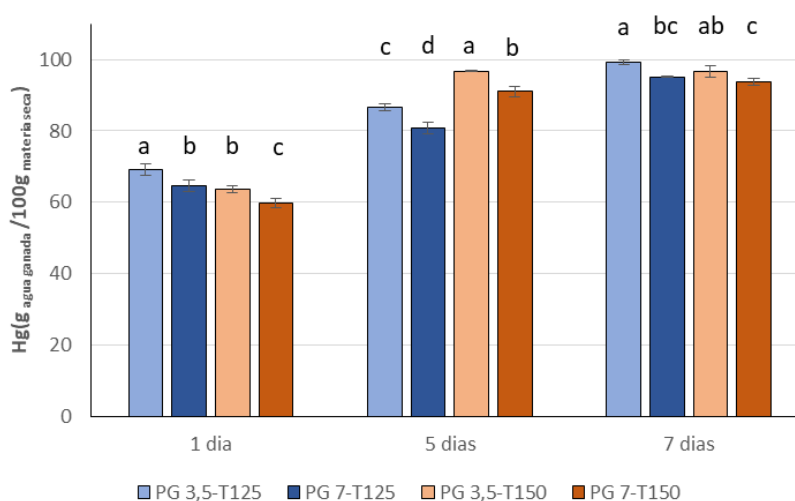


Figura 9: Valores medios y desviación estándar de la higroscopicidad de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante a 1, 5 y 7 d. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ).

En la **Figura 10** se muestra la densidad aparente de los polvos atomizados obtenidos. En general se puede observar que las muestras con mayores concentraciones de proteína de guisante presentaron menor densidad aparente. Este comportamiento se muestra también en diferentes estudios donde se atomizó con diferentes agentes de carga (maltodextrina, goma arábica, y almidón) y jugo de granada (Yousefi *et al.*, 2011) o jugo de mora (Fazaeli *et al.*, 2012). Cuando se realiza un ANOVA multifactorial, se puede observar que existe una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la cantidad de proteína de guisante añadida al jugo de remolacha y la temperatura de atomización. Cuando se atomizó a 125°C, el incremento de proteína de guisante denotó una disminución drástica y significativa ( $p < 0,05$ ) de densidad aparente del polvo atomizado, no obstante, cuando se aumentó la temperatura de atomización a 150°C, el uso de mayor

concentración de proteína de guisante en la mezcla inicial disminuyó la densidad aparente del polvo pero no significativamente ( $p > 0,05$ ).

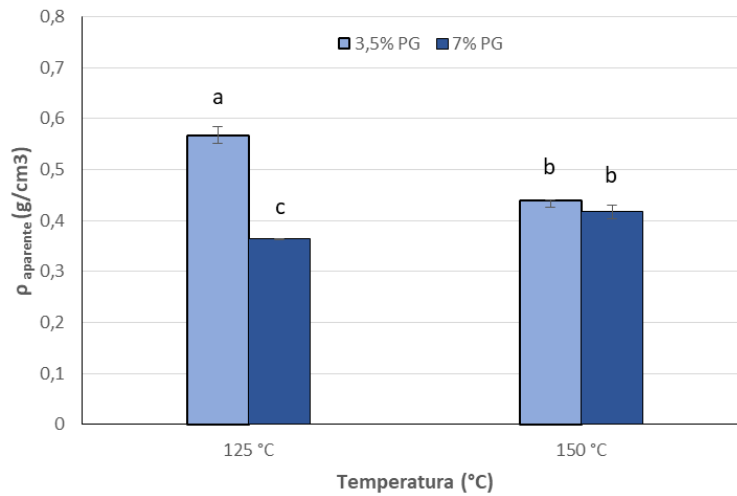


Figura 10: Valores medios y desviación estándar la densidad aparente de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ ).

La porosidad, es el porcentaje de volumen de aire relacionado con el volumen total (González *et al.*, 2018). En la **Figura 11** se muestra la porosidad de los atomizados obtenidos. Los valores obtenidos para este parámetro son similares a los de otros atomizados (Agudelo *et al.*, 2017; González *et al.*, 2018). En general, se puede observar que aquellas muestras con mayor contenido de proteína de guisante en la mezcla inicial presentaron mayor porosidad. De acuerdo con el ANOVA multifactorial, se puede observar que existe una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la concentración de proteína de guisante utilizada en el jugo de remolacha y la temperatura de atomización. Cuando se atomizó a 125°C, el incremento de proteína de guisante en la mezcla a atomizar provocó un aumento marcado y significativo ( $p < 0,05$ ) de la porosidad del polvo. Y cuando la mezcla inicial fue atomizada a 150°C, la porosidad del polvo incrementando la proteína de guisante en la mezcla, aumentó de una manera sutil pero significativa.

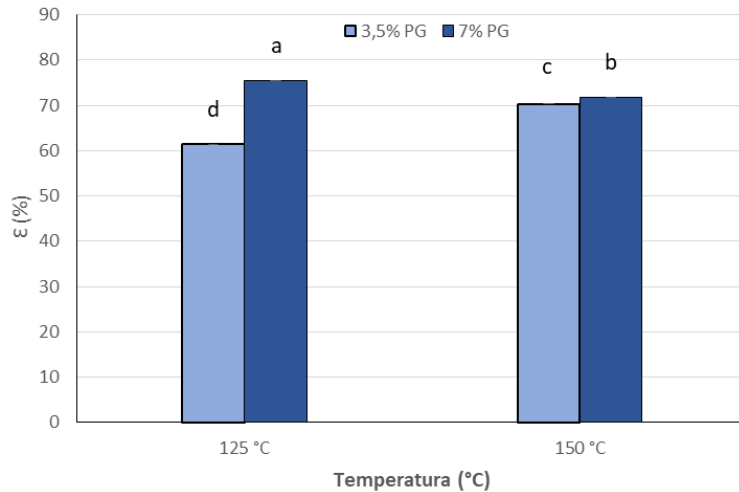


Figura 11: Valores medios y desviación estándar de la porosidad de los atomizados obtenidos a 125 y 150 °C y con 3.5 y 7 % de proteína de guisante. Las letras sobre las columnas indican grupos homogéneos según la ANOVA ( $p < 0,05$ )

Para explicar la posible relación entre los parámetros de atomización analizados y las características del polvo medidas se realizaron análisis estadísticos de correlación entre cada par de variables (**Tabla 4**). Los coeficientes de Pearson establecen la relación lineal estadísticamente significativa ( $p < 0,05$ ) entre las variables analizadas y oscilan entre -1 a 1. Las correlaciones más altas se pueden observar en  $\rho_{ap}$  y  $\epsilon$ , y  $x_w$ , 0,9654 y -0,9662 respectivamente. Estas variables también se encuentran correlacionadas con la higroscopicidad a los 7 días de medida, en el mismo sentido que con  $x_w$ . De manera que al incrementar la humedad o la higroscopicidad de las muestras atomizadas aumenta la densidad aparente y disminuye la porosidad de las mismas. A su vez, Hg 7 días y  $x_w$  se encuentran correlacionadas de manera significativa. La higroscopicidad a los diferentes tiempos estudiados se encuentra correlacionada con los parámetros de atomización. Destaca que a mayor rendimiento de producto se observó menor higroscopicidad en las muestras. Sin embargo a mayor rendimiento de secado, mayor higroscopicidad en los productos atomizados.

Tabla 4: Coeficientes de correlaciones de Pearson entre los parámetros de atomización, humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad.

	Rto Producto	Rto secado	$x_w$	Hg 1 día	Hg 7 días	$\rho_{ap}$	$\epsilon$
Tsalida	0,7809*	0,0108	0,0420	-0,7098*	-0,4207	-0,1658	0,1815
Rto Producto		-0,6031	-0,5198	-0,9658*	-0,8435*	-0,6308	0,6474
Rto secado			0,787*	0,6095	0,8041*	0,6921	-0,6937
$x_w$				0,5666	0,7714*	0,9654*	-0,9662*
Hg 1 día					0,8191*	0,6586	-0,6777
Hg 7 días						0,8157*	-0,8161*
$\rho_{ap}$							-0,9913*
$\epsilon$							

\*Las correlaciones de Pearson son significativas ( $p < 0,05$ )

### 5.3 Propiedades ópticas

En la **Tabla 5** se presentan los valores medios y desviaciones de las coordenadas de color estudiadas de las muestras atomizadas a 125 y 150°C y con sus respectivas concentraciones de proteína de guisante.

Tabla 5: Valores medios (y desviaciones estándar) de Luminosidad ( $L^*$ ),  $a^*$ ,  $b^*$ , Tono ( $h^*_{ab}$ ) y Cromo ( $C^*_{ab}$ )

PG	T	$L^*$	$a^*$	$b^*$	$h^*_{ab}$	$C^*_{ab}$
3,5	125	15,7 (0,4) <sup>d</sup>	18,9 (0,8) <sup>d</sup>	4,3 (0,2) <sup>c</sup>	12,9 (0,2) <sup>a</sup>	19,4 (0,9) <sup>d</sup>
7	125	26,1 (0,4) <sup>a</sup>	35,64 (0,14) <sup>a</sup>	4,35 (0,15) <sup>c</sup>	6,9 (0,2) <sup>c</sup>	35,90 (0,15) <sup>a</sup>
3,5	150	18,41 (0,12) <sup>c</sup>	30,63 (0,12) <sup>c</sup>	5,43 (0,07) <sup>a</sup>	10,05 (0,11) <sup>bc</sup>	31,10 (0,12) <sup>c</sup>
7	150	22,2 (0,3) <sup>b</sup>	34,84 (0,16) <sup>b</sup>	5,16 (0,04) <sup>b</sup>	8,43 (0,08) <sup>c</sup>	35,22 (0,16) <sup>b</sup>

La letra indicada en superíndice dentro de las columnas hace referencia a los grupos homogéneos establecidos por ANOVA ( $p < 0,05$ )

La **Luminosidad ( $L^*$ )** de los atomizados obtenidos presenta valores entre 15,68 y 26,07. Se puede observar que las muestras con mayores concentraciones de proteína de guisante presentan mayor luminosidad que las muestras con menor concentración de proteína de guisante. En general la adición de agentes de carga para poder llevar a cabo la atomización provoca incrementos en la luminosidad (González *et al.*, 2018; Telis y Martínez-Navarrete, 2009). Al realizar un ANOVA multifactorial se observa que existe una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la adición de proteína de guisante en el licuado de remolacha y la temperatura de atomización. Cuando se atomizó a 125 °C, el incremento de concentración de proteína de guisante en la mezcla a atomizar aumentó drásticamente y significativamente ( $p < 0,05$ ) la luminosidad del polvo final. Y a 150 °C, el polvo también aumentó la luminosidad significativamente ( $p < 0,05$ ) manteniéndose por debajo de los valores obtenidos a 125°C

Los valores obtenidos para **coordenadas  $a^*$  y Cromo ( $C^*_{ab}$ )** presentaron la misma tendencia. En ambos casos se puede observar que las muestras con mayor contenido de proteína de guisante añadida al jugo de remolacha, proporcionan valores más altos de  $a^*$  y  $C^*_{ab}$ . Los polvos con menor contenido de proteína de guisante presentaron valores más bajos de  $a^*$  y  $C^*_{ab}$  para las temperaturas estudiadas (125 y 150 °C). De acuerdo al estudio estadístico de ANOVA multifactorial se observó una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la proteína de guisante añadida y la temperatura de atomización. Atomizando a ambas temperaturas se ve notable y significativamente ( $p < 0,05$ ) un aumento de  $a^*$  y  $C^*_{ab}$  aumentando la concentración de proteína de guisante añadida en la mezcla. En concreto, cuando se atomiza a 125 °C, el aumento de  $a^*$  y  $C^*_{ab}$  se hace más notorio que a 150 °C.

La **coordenada  $b^*$**  presentó pequeñas variaciones entre las muestras estudiadas. No se observó un efecto de la concentración de proteína de guisante cuando se atomizó a 125°C en los valores de  $b^*$ . Sin embargo, al atomizar a 150° se observaron diferencias significativas ( $p < 0,05$ ) en los valores de  $b^*$  entre las dos concentraciones de proteína de guisante ensayadas, siendo significativamente mayor el valor de menor concentración.

Por último, los mayores valores de **Tono ( $h^*_{ab}$ )** se observaron en las muestras de menor concentración de proteína de guisante, sobretodo la muestra atomizada a 125°C. Del estudio estadístico con la aplicación de la ANOVA multifactorial, se observa una interacción significativa ( $p < 0,05$ ) entre la proteína de guisante añadida y la temperatura de atomización. Ante esta interacción, ambas temperaturas de atomización van a provocar un descenso significativo ( $p <$

0,05) en el tono al aumentar la concentración de proteína de guisante en la disolución inicial. Observando ambas temperaturas, la atomización a 125° desciende en mayor medida el tono que la atomización a 150°C,

En la **Tabla 6** se observan los coeficientes de correlaciones de Pearson entre los parámetros de atomización, humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad, y las coordenadas de color estudiadas. Las mayores correlaciones se encuentran entre las coordenadas de color y  $x_w$ ,  $\rho_{ap}$  y  $\epsilon$ . Cuando las muestras presentaron mayor  $x_w$  o  $\rho_{ap}$ ,  $L^*$ ,  $a^*$  y  $C_{ab}^*$  mostraron valores menores (correlaciones negativas) y  $h_{ab}^*$  valores mayores (correlación positiva). Sin embargo, las correlaciones de  $\epsilon$  y las coordenadas fueron al contrario, positivas con  $L^*$ ,  $a^*$  y  $C_{ab}^*$  y negativas con  $h_{ab}^*$ .

Tabla 6: Coeficientes de correlaciones de Pearson entre los parámetros de atomización, humedad, higroscopicidad, densidad y porosidad, y las coordenadas de color ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h_{ab}^*$  y  $C_{ab}^*$ ).

	$L^*(D65)$	$a^*(D65)$	$b^*(D65)$	Tono ( $h_{ab}^*$ )	Chroma ( $C_{ab}^*$ )
<b>Tsalida</b>	1367	0,3399	0,9574*	-0,0856	0,3479
<b>Rto Producto</b>	0,4730	0,7854*	0,7117*	-0,6282	0,7893*
<b>Rto secado</b>	-0,8588*	-0,7385*	0,1148	0,8078*	-0,7344*
<b><math>x_w</math></b>	-0,9825*	-0,9245*	-0,0302	0,9879*	-0,9213*
<b>Hg 1 día</b>	-0,5072	-0,7968*	-0,6681	0,6556	-0,8001*
<b>Hg 7 días</b>	-0,7641*	-0,8914*	-0,3934	0,8327*	-0,8918*
<b><math>\rho_{ap}</math></b>	-0,9138*	-0,9715*	-0,2615	0,9744*	-0,9704*
<b><math>\epsilon</math></b>	0,9154*	0,9792*	0,2678	-0,9818*	0,9781*

\*Las correlaciones de Pearson son significativas ( $p < 0,05$ )

En la **Tabla 7**, se presentan las diferencias de color con respecto a las temperaturas de atomización y con respecto a la concentración añadida de proteína de guisante al jugo de remolacha. Todos los valores obtenidos son superiores a 3 unidades y por lo tanto las diferencias son perceptible por el ojo humano (Bodart *et al.*, 2008). El efecto de la concentración de proteína de guisante sobre las diferencias de color es más mayor cuando la temperatura es de 125 °C en comparación con la de 150°C. El efecto de la temperatura se hace más notable cuando los atomizados contienen un 3.5 % de proteína de guisante en comparación con el 7%.

Tabla 7: Diferencia de color entre temperaturas y concentraciones de proteína de guisante

	Comparación muestras		$\Delta E^*_{ab}$
	3,5 %PG-125°C	7 %PG-125°C	
Efecto % de proteína de guisante	3,5 %PG-150°C	7 %PG-150°C	5,64 (0,26) <sup>c</sup>
	3,5 %PG-125°C	7 %PG-125°C	19,66 (0,83) <sup>a</sup>
Efecto de temperatura de atomización	3,5 %PG-150°C	3,5 %PG-125°C	12,04 (0,78) <sup>b</sup>
	7 %PG-150°C	7 %PG-125°C	4,08 (0,51) <sup>d</sup>

La letra indicada en superíndice dentro de las columnas hace referencia a los grupos homogéneos establecidos por ANOVA ( $p < 0,05$ )

En la **Figura 12** se presenta una imagen de las muestras para su comparación visual. En concordancia con los resultados obtenidos de la diferencia de color (**Tabla 6**), se observa una clara diferencia sobre la muestra atomizada a 125 °C y 3,5 % de proteína de guisante en su formulación respecto al resto. Visualmente la muestra 7%PG-T125 recuerda en mayor medida a la remolacha.

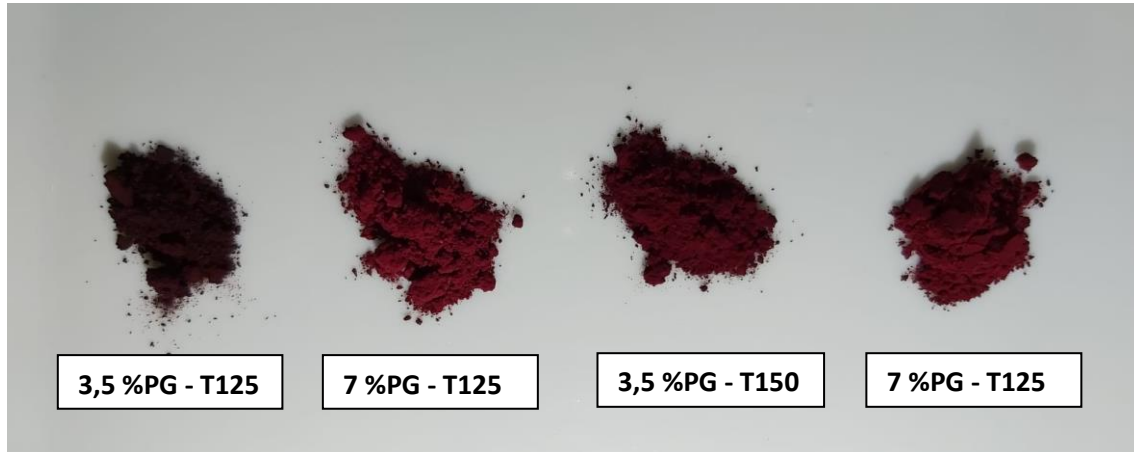


Figura 12: Muestras atomizadas a diferentes concentraciones de Proteína de Guisante (%PG) y diferentes temperaturas (125 y 150°C).

#### 5.4 Microscopía electrónica – FESEM

En la **Figura 13**, se muestran unas micrografías realizadas a 100 aumentos con FESEM, de los diferentes polvos atomizados. Al igual que en los casos reportados por Caparino *et al.*, (2012) y Vivek *et al.*, (2020) la morfología de todas las partículas atomizadas son casi esféricas u ovaladas. En la muestra de polvo de remolacha, se observa que cuando se incrementa la concentración de proteína de guisante en el jugo de remolacha, las partículas de polvo poseen un tamaño menor y se observa mayor densidad de partículas en el campo analizado. Posiblemente se relacione con polvos que fluyen más libres, como puede observarse en la **Figura 11** ya que las muestras obtenidas con 7% de concentración de proteína de guisante fueron más porosas. Además, acorde a Bazaria y Kumar, (2017) al aumentar el contenido de sólidos en el líquido a atomizar, la superficie de la partícula de polvo es más lisa y según Finney *et al.*, (2002) a temperaturas de atomización bajas se obtienen como producto polvos más agrietados a diferencia de temperaturas de atomización altas, que tienen una superficie más esférica y lisa. Observando la muestra estudiada, a concentraciones de 3,5% de proteína de guisante se encuentran partículas más agrietadas que en 7% de proteína de guisante en el jugo de remolacha. Cuando una partícula presenta una superficie agrietada, va a tener menor capacidad de retención de compuestos bioactivos como presentan en su estudio Tan *et al.*, (2015).



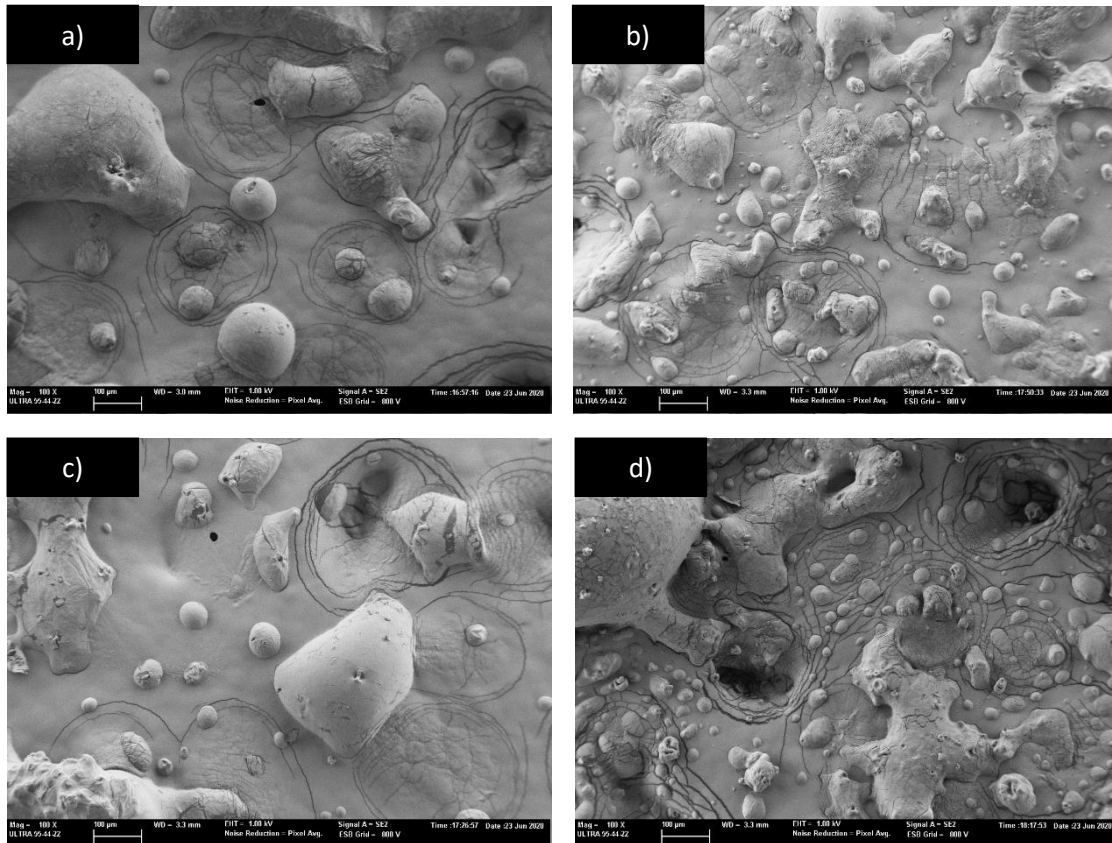


Figura 13: Fotografía FESEM 100x de las diferentes muestras atomizadas 3,5% PG, 125°C (a); 7% PG, 125°C (b); 3,5% PG, 150°C (c); 7% PG, 150°C (d)

En la **Figura 14** se observan micrografía realizadas a 250 aumentos comparando muestras atomizadas con 3,5 % de proteína de guisante y diferentes temperaturas (125 y 150 °C). Así como en la **Figura 15** se presentan micrografías realizadas a 500 aumentos comparando muestras atomizadas con 7 % de proteína de guisante y diferentes temperaturas (125 y 150 °C). En ambos casos, se observa un efecto de la temperatura para una concentración de proteína. El tamaño de partícula del atomizado de remolacha disminuye al incrementar la temperatura de atomización. Aunque hay autores observaron un comportamiento similar (Fang et al., 2012) otros estudios reportan comportamientos contrarios en la evaluación del efecto de la temperatura sobre el tamaño de partícula (Fazaeli *et al.*, 2012), por lo que es necesario incidir en el estudio de la microestructura de los encapsulados de remolacha con proteína de guisante para corroborar los efectos observados.

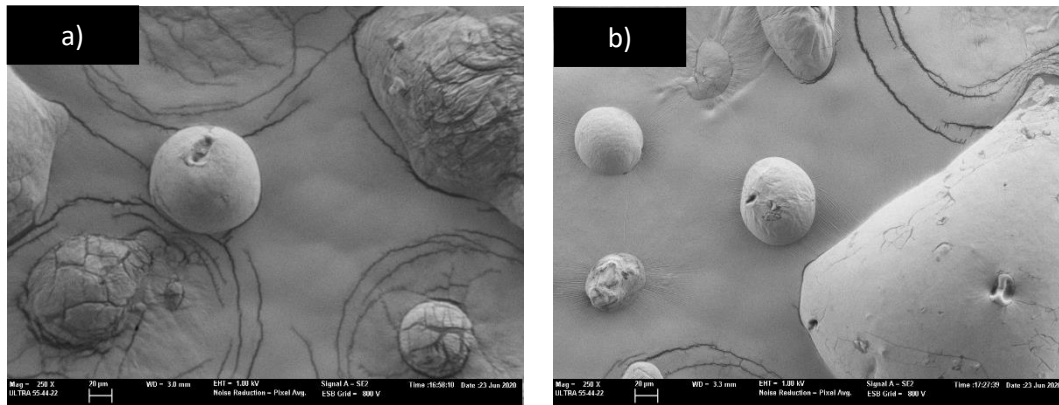


Figura 14: Fotografía FESEM 250x. Efecto de temperatura de las muestras de 3,5% PG 125°C (a), 150°C (b)

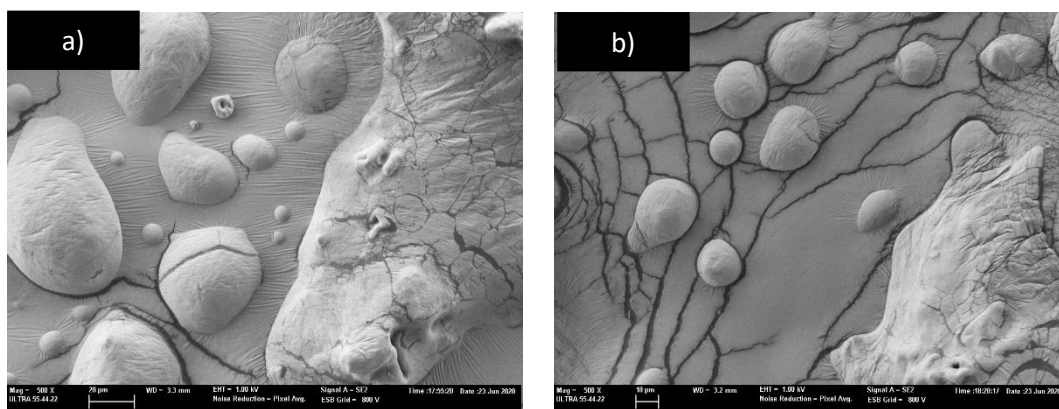


Figura 15: Fotografía FESEM 500x. Efecto de temperatura de las muestras de 7% PG 125°C (a), 150°C (b).

## 6. CONCLUSIONES

- El uso de proteína de guisante como agente de encapsulación de jugo de remolacha ha mostrado un comportamiento adecuado para el proceso de atomización de acuerdo a los rendimientos obtenidos y características del producto en polvo.
- Para la obtención de polvos atomizados de jugo de remolacha, el empleo de una concentración de 7% de proteína de guisante produce polvos con mayor rendimiento de producto, más secos, porosos, luminosos, rojizos, saturados y menos higroscópicos.
- La proteína de guisante es capaz de crear partículas de atomización esféricas y/o ovaladas. Siendo en mayor número y menor tamaño cuando mayor es su concentración.
- El efecto de la temperatura en los atomizados varía en función de la concentración de proteína de guisante en la mayoría de los parámetros evaluados ya que se observan interacciones entre los mismos. Así que se recomienda el uso de 7% de proteína de guisante en la mezcla inicial con el jugo de remolacha y 125 °C de temperatura de atomización. La propuesta permite obtener polvos de baja humedad e higroscopicidad, más porosos y con un color morado-rojizo típico de la remolacha.

## LIMITACIONES

Este estudio presenta el efecto de la adición de proteína de guisante a remolacha licuada como agente encapsulante y la temperatura de atomización, sobre las propiedades fisicoquímicas y estructurales del polvo. Debido a la pandemia sufrida durante los meses de marzo a junio, ha sido imposible realizar todas las actividades inicialmente planificadas para este trabajo. La principal sugerencia sería analizar el contenido de proteína final en los productos atomizados. Además se podría determinar la actividad antioxidante de los mismos como indicador de la calidad funcional de los mismos. Y por último, seguir evaluando la microestructura de la encapsulación para corroborar los resultados previos obtenidos.

## 7. BIBLIOGRAFÍA

- Agudelo, C., Igual, M. M., Camacho, M. M., & Martínez-Navarrete, N. (2017). Effect of process technology on the nutritional, functional, and physical quality of grapefruit powder. *Food Science and Technology International*, 23(1), 61–74. <https://doi.org/10.1177/1082013216658368>
- Aguilera, J. M., Valle, J. M., & Karel, M. (1995). Caking phenomena in amorphous food powders. *Trends in Food Science & Technology*, 6(5), 149–155.
- Amnah, M. A. A. (2013). Nutritional, Sensory and Biological Study of Biscuits Fortified With Red Beet Roots. *Jurnal Teknologi*, 1(1), 69–73. <https://doi.org/10.11113/jt.v56.60>
- Amores, D. A. (2011). *Evaluación Nutritiva y Nutraceútica de la Mora de Castilla (Rubus Glaucus) deshidratada por el Método de Liofilización y Comparación con la Obtenida por Deshidratación en Microondas y Secador en Bandejas*. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.
- Anandharamkrishnan, C. Padma, S. (2015). *Spray Drying Techniques for Food Ingredient Encapsulation* (1st ed.). Wiley Blackwell. [https://books.google.es/books?id=I\\_M-CgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gb\\_s\\_ge\\_summary\\_r&cad=0#v=onepage&q&f=false](https://books.google.es/books?id=I_M-CgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gb_s_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
- AOAC. (2000). *Official Methods of Analysis* (W. Horwitz (ed.); Vol. 1, Issue agricultural chemicals, contaminants, drugs). Association of Official Analytical Chemist.
- Bach, V., Mikkelsen, L., Kidmose, U., & Edelenbos, M. (2015). Culinary preparation of beetroot (*Beta vulgaris* L.): The impact on sensory quality and appropriateness. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 95(9), 1852–1859. <https://doi.org/10.1002/jsfa.6886>
- Barrera, C. (2007). *Estudio de la deshidratación osmótica y del secado por aire caliente como operaciones de estabilización de productos de manzana (var. Granny Smith) enriquecidos en calcio* [Universitat Politècnica de València]. <https://doi.org/10.4995/Thesis/10251/17577>
- Bazaria, B., & Kumar, P. (2017). Effect of dextrose equivalency of maltodextrin together with Arabic gum on properties of encapsulated beetroot juice. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(1), 156–163. <https://doi.org/10.1007/s11694-016-9382-4>
- Bazaria, B., & Kumar, P. (2018). Optimization of spray drying parameters for beetroot juice powder using response surface methodology (RSM). *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(4), 408–415. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2016.09.007>
- Bhandari, B. (2013). Introduction to food powders. In B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, & P. Schuck (Eds.), *Handbook of Food Powders: Processes and Properties* (1st ed., pp. 1–24). Woodhead Publishing. [https://books.google.es/books?id=BAJEAgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gb\\_s\\_ge\\_summary\\_r&cad=0#v=onepage&q&f=false](https://books.google.es/books?id=BAJEAgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gb_s_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
- Bodart, M., Peñaranda, R. de, Deneyer, A., & Flamant, G. (2008). *Build. Environ.* 43, 2046–2058.
- Burgain, J., Petit, J., Scher, J., Rasch, R., Bhandari, B., & Gaiani, C. (2017). Surface chemistry and microscopy of food powders. *Progress in Surface Science*, 92(4), 409–429.

<https://doi.org/10.1016/j.progsurf.2017.07.002>

- Cai, Y. Z., & Corke, H. (n.d.). Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments [Article]. *Journal of Food Science*, 65(7), 1248–1252. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2000.tb10273.x>
- Čakarević, J., Šeregelj, V., Tumbas Šaponjac, V., Četković, G., Čanadanović Brunet, J., Popović, S., Kostić, M. H., & Popović, L. (2020). Encapsulation of beetroot juice: a study on the application of pumpkin oil cake protein as new carrier agent. *Journal of Microencapsulation*, 37(2), 121–133. <https://doi.org/10.1080/02652048.2019.1705408>
- Camino-Sánchez, F. J., López-López, H., & Gutierrez-Rodríguez, J. M. (2020). The development and application of sticky-point models to spray drying processes for the manufacturing of nutritional powder products and infant formulas. *Journal of Food Engineering*, 279(October 2019). <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.109947>
- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., & Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine “Carabao” var.) powder. *Journal of Food Engineering*, 111(1), 135–148. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.010>
- Carrillo, C., Wilches-Pérez, D., Hallmann, E., Kazimierczak, R., & Rembiałkowska, E. (2019). Organic versus conventional beetroot. Bioactive compounds and antioxidant properties. *Lwt*, 116(December 2018), 108552. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108552>
- Chhikara, N., Kushwaha, K., Sharma, P., Gat, Y., & Panghal, A. (2019). Bioactive compounds of beetroot and utilization in food processing industry: A critical review. *Food Chemistry*, 272(February 2018), 192–200. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.08.022>
- Cisneros Díaz, A., & Velázquez Morales, J. R. (2005). Determinación del Momento Óptimo de Trasplante en el Cultivo de la Remolacha (*Beta Vulgaris* L). *Ciencias Holguín*, 4, 1–5. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=1815/181517866007>
- Díaz, E. (2002). *Manual agropecuario*. Quebecor World Bogotá S.A.
- Diego dos S. Baião, Davi V.T. da Silva, E. M. D. A. and V. M. F. P. (2016). Nutritional, Bioactive and Physicochemical Characteristics of Different Beetroot Formulations. *Intech, i*(beetroot), 13. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.5772/57353>
- Duque Cifuentes, A. L., Mejía Doria, C. M., & Fernández Parra, J. (2018). Caracterización Físico Química y Contenido Fenólico de la Remolacha (*Beta vulgaris* L.) en Fresco y Sometida a Tratamiento Térmico. *Revista Ion, Investigación, Optimización y Nuevos Procesos En Ingeniería*, 31(1), 43–47. <https://doi.org/10.18273/revion.v31n1-2018007>
- Fang, Y., Rogers, S., Selomulya, C., & Chen, X. D. (2012). Functionality of milk protein concentrate: Effect of spray drying temperature. *Biochemical Engineering Journal*, 62, 101–105. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.05.007>
- Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Kalbasi Ashtari, A., & Omid, M. (2012). Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and Bioproducts Processing*, 90(4), 667–675. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2012.04.006>
- Finney, J., Buffo, R., & Reineccius, G. A. (2002). Effects of type of atomization and processing temperatures on the physical properties and stability of spray-dried flavors. *Journal of Food Science*, 67(3), 1108–1114. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2002.tb09461.x>

- Fito Maupoey, P., Andrés, A. M., Barat, J. M., & Albors, A. M. (2016). *Introducción al secado de alimentos por aire caliente*. (1st ed.). Editorial Universitat Politècnica de València.
- González, F., Igual, M., Camacho, M. D. M., & Martínez-Navarrete, N. (2018). Impact of Temperature, Gum Arabic and Carboxymethyl Cellulose on Some Physical Properties of Spray-Dried Grapefruit. *International Journal of Food Engineering*, 14(5–6), 1–11. <https://doi.org/10.1515/ijfe-2017-0387>
- Goula, A. M., & Adamopoulos, K. G. (2008). Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. Drying kinetics and product recovery. *Drying Technology*, 26(6), 714–725. <https://doi.org/10.1080/07373930802046369>
- Goula, A. M., & Adamopoulos, K. G. (2010). A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11(2), 342–351. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.12.001>
- Huaraca, A. A. P. (2011). *Evaluación nutritiva y nutracéutica de la frutilla (fragaria vesca) deshidratada por el método de liofilización y comparación con la obtenida por deshidratación en microondas*. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.
- Igual, M., Ramires, S., Mosquera, L. H., & Martínez-Navarrete, N. (2014). Optimization of spray drying conditions for lulo (*Solanum quitoense* L.) pulp. *Powder Technology*, 256, 233–238. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.02.003>
- Inkson, B. J. (2016). Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization. In *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X>
- Jiang, H., Zhang, M., & Adhikari, B. (2013). Fruit and vegetable powders. In *Handbook of Food Powders: Processes and Properties*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857098672.3.532>
- Kale RG, Sawate AR, Kshirsagar RB, P. B. and M. R. (2018). Studies on evaluation of physical and chemical composition of beetroot (*Beta vulgaris* L.). *International Journal of Chemical Studies*, 6(2), 2977–2979. <http://www.chemijournal.com/archives/2018/vol6issue2/PartAP/6-2-300-442.pdf>
- Luján, G. (2013). *optimización de las condiciones de atomización de pulpa de pomelo*. Universitat Politècnica de València.
- Ng, M. L., & Sulaiman, R. (2018). Development of beetroot (*Beta vulgaris*) powder using foam mat drying. *LWT - Food Science and Technology*, 88, 80–86. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.08.032>
- Nijdam, J. J., & Langrish, T. A. G. (2006). The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. *Journal of Food Engineering*, 77(4), 919–925. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.08.020>
- Nurhadi, B., & Roos, Y. H. (2016). Dynamic water sorption for the study of amorphous content of vacuum-dried honey powder. *Powder Technology*, 301, 981–988. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.07.055>
- Pereira, A. G., Becerá, S. M., Gómez, A. H., & González, L. M. (2013). Análisis comparativo de la cinética de deshidratación Osmótica y por Flujo de Aire Caliente de la Piña (*Ananas Comosus*, variedad Cayena lisa). *Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias*, 22(1), 62–69.

- Rodríguez-Hernández, G. R., González-García, R., Grajales-Lagunes, A., Ruiz-Cabrera\*, M. A., & Abud-Archila, M. (2005). Spray-Drying of Cactus Pear Juice (*Opuntia streptacantha*): Effect on the Physicochemical Properties of Powder and Reconstituted Product. *Drying Technology*, 23(4), 955–973. <https://doi.org/10.1080/DRT-200054251>
- Samantha, S. C., Bruna, A. S. M., Adriana, R. M., Fabio, B., Sandro, A. R., & Aline, R. C. A. (2015). Drying by spray drying in the food industry: Micro-encapsulation, process parameters and main carriers used. *African Journal of Food Science*, 9(9), 462–470. <https://doi.org/10.5897/ajfs2015.1279>
- Sapper, M., Martínez, N., & Camacho, M. (2015). Medida de las propiedades físicas de productos de fruta en polvo. *Grupo de Investigación e Innovación Alimentaria*, 1–19.
- Schuck, P. (2013). Dairy powders. In *Handbook of Food Powders: Processes and Properties* (Issue Mcc). Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857098672.3.437>
- Seguridad, L. A., & Alimentaria, Y. C. (2019). *Elaboración De Panes Con Fuentes Alternativas De*. 2018–2019.
- Sheikholeslami, Z., Karimi, M., Komeili, H. R., & Mahfouzi, M. (2018). A new mixed bread formula with improved physicochemical properties by using hull-less barley flour at the presence of guar gum and ascorbic acid. *Lwt*, 93(April), 628–633. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.04.001>
- Sitompul, S. M., Roviq, M., & Riedo, E. (2019). Growth and betacyanin content of beetroots (*Beta vulgaris* L.) under water deficit in a tropical condition. *Agrivita*, 41(3), 491–503. <https://doi.org/10.17503/agrivita.v41i3.2264>
- Suhag, Y., Nayik, G. A., & Nanda, V. (2016). Effect of gum arabic concentration and inlet temperature during spray drying on physical and antioxidant properties of honey powder. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 10(2), 350–356. <https://doi.org/10.1007/s11694-016-9313-4>
- Tan, S. P., Kha, T. C., Parks, S. E., Stathopoulos, C. E., & Roach, P. D. (2015). Effects of the spray-drying temperatures on the physicochemical properties of an encapsulated bitter melon aqueous extract powder. *Powder Technology*, 281, 65–75. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.074>
- Telis, V., & Martínez-Navarrete, N. (2009). Collapse and color changes in grapefruit juice powder as affected by water activity, glass transition, and addition of carbohydrate polymers. *Food Biophys.*, 4, 83–93.
- Trikusuma, M., Paravisini, L., & Peterson, D. G. (2020). Identification of aroma compounds in pea protein UHT beverages. *Food Chemistry*. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.126082>
- Turchiuli, C. (2013). Fluidization in food powder production. In *Handbook of Food Powders: Processes and Properties*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857098672.1.178>
- Usman, M., & Davidson, J. (2014). *Health Benefits of Beetroot* (M. Usman & M. Cottage (eds.); 1st ed.). JD-Biz Corp. [https://books.google.es/books?id=oBsiBgAAQBAJ&pg=PA7&dq=beetroot&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwjHku3xiPDpAhU\\_AWMBHWtLC78Q6AEIPjAC#v=onepage&q=beetroot&f=false](https://books.google.es/books?id=oBsiBgAAQBAJ&pg=PA7&dq=beetroot&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwjHku3xiPDpAhU_AWMBHWtLC78Q6AEIPjAC#v=onepage&q=beetroot&f=false)
- Vallespir, F., Cárcel, J. A., Marra, F., Eim, V. S., & Simal, S. (2018). Improvement of Mass Transfer

- by Freezing Pre-treatment and Ultrasound Application on the Convective Drying of Beetroot (*Beta vulgaris* L.). *Food and Bioprocess Technology*, 11(1), 72–83. <https://doi.org/10.1007/s11947-017-1999-8>
- Viteri, P. (2009). *Parámetros en liofilización* (1st ed.). ESPOL.
- Vivek, K., Mishra, S., & Pradhan, R. C. (2020). Characterization of spray dried probiotic Sohiong fruit powder with *Lactobacillus plantarum*. *Lwt*, 117(May 2019), 108699. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108699>
- Woo, M. W. (2013). Spray drying for food powder production. In B. Bhes, N. Bansal, Z. Min, & S. Pierre (Eds.), *Handbook of Food Powders: Processes and Properties* (1st ed., pp. 29–51). Woodhead Publishing. [https://books.google.es/books?id=BAJEAgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gs\\_ge\\_summary\\_r&cad=0#v=onepage&q&f=false](https://books.google.es/books?id=BAJEAgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=es&source=gs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false)
- XUE, K. (2004). Optimización del secado por aire caliente de pera blanquilla. [Universitat Politècnica de València]. In *Riunet*. <https://doi.org/10.4995/Thesis/10251/1834>
- Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., & Mousavi, S. M. (2011). Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum* L.). *Journal of Food Science and Technology*, 48(6), 677–684. <https://doi.org/10.1007/s13197-010-0195-x>