

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE VALENCIA  
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS



CARACTERIZACION DE PROPIEDADES RELACIONADAS CON LA  
TEXTURA DE SUSPENSIONES DE FIBRAS ALIMENTARIAS

**TESIS DOCTORAL**

Presentada por:

Arturo Córdoba Sequeira

**Dirigida por:**

Nuria Martínez Navarrete

Amparo Chiralt Boix

**Valencia, 2005.**



**UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA**

**DEPARTAMENTO  
DE TECNOLOGÍA  
DE ALIMENTOS**

**Dña. NURIA MARTÍNEZ NAVARRETE Y Dña. AMPARO CHIRALT BOIX, CATEDRÁTICAS DE UNIVERSIDAD DEL DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS DE LA UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE VALENCIA.**

**CONSIDERAN:** que la memoria titulada **CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES RELACIONADAS CON LA TEXTURA DE SUSPENSIONES DE FIBRAS ALIMENTARIAS** que, para aspirar al grado de Doctor, presenta **D. Arturo Córdoba Sequeira**, realizada bajo su dirección en el Departamento de Tecnología de Alimentos de la Universidad Politécnica de Valencia, reúne las condiciones adecuadas para su presentación como tesis doctoral, por lo que **AUTORIZAN** al interesado su presentación en ese doctorado.

**Valencia, 3 de junio de 2005.**

**Fdo. Nuria Martínez Navarrete**  
**Directora de la tesis**

**Fdo. Amparo Chiralt Boix**  
**Directora de la tesis.**

## **AGRADECIMIENTOS.**

En un primer lugar, quiero agradecer la ayuda recibida de la Universidad Politécnica de Valencia, a través del Proyecto Reología y Textura de Productos de fruta viscosos o con gelificación débil, concedido dentro del Programa de Incentivo a la Investigación del año 2001 para proyectos de investigación interdisciplinares.

En segundo lugar, deseo agradecer al Ministerio de Ciencia y Tecnología adscrito al Gobierno de Costa Rica y en especial al señor ministro Fernando Gutiérrez por la ayuda suministrada en el desarrollo de esta tesis por medio del apoyo del Fondo de Incentivos dedicado al Desarrollo Científico y Tecnológico de mi país.

En tercer lugar, deseo agradecer al Consejo Nacional de Préstamos para la Educación (CONAPE), y en especial a D<sup>a</sup>. Hilda Pepita Echandi por los aplazamientos concedidos en el inicio del pago del préstamo concedido para realizar estos estudios de doctorado.

En cuarto lugar, deseo agradecer a Amparo Chiralt y a Pedro Fito por las ayudas económicas gestionadas por medio de la Universidad Politécnica de Valencia en momentos críticos del desarrollo de este trabajo.

Deseo agradecer a mis directoras, Nuria y Amparo por su guía en este camino, y en especial a Nuria por la confianza depositada para llevar a cabo este trabajo y llevarlo a buen puerto.

Deseo agradecer también a José Miguel Carot por toda la ayuda aportada en el desarrollo de la metodología y análisis estadístico de los resultados obtenidos, un campo que proporciona herramientas de gran utilidad en la investigación.

De igual forma deseo dar las gracias a todo el personal del Departamento y del Instituto Universitario de Ingeniería de Alimentos para el Desarrollo (IIAD) por recibirme y haberme hecho sentir todos estos años como en casa, en especial agradezco a María del Mar Camacho por su apoyo en el manejo de los equipos de reología así como por sus consejos y ayuda.

A todos los nuevos amigos que han sido como hermanos durante todo este tiempo, en especial Eva, Gemma y M<sup>a</sup>José por su apoyo incondicional. A las hermanas menores, Isa y Esther, por escucharme, darme consejo en los momentos difíciles y hacerme reír en la vida.

A todos los compañeros del cubito que lograron soportarme en las etapas finales de este doctorado, María por soportar mis prisas, Asela, Diego, Marisa, Germán, Lorena, Dafna, Lucía, Creu, Ana, y Cristina a la cual debo agradecer su gran entereza y dedicación en los amigos. A Clara, gracias por dejarme tu ordenador con el cual he hecho esta tesis doctoral. A Carolita, con la cuales inicie esta experiencia profesional y por su gran paciencia.

Deseo dar un especial agradecimiento a Chus y Raúl por recibirme en su grupo como uno más, así como a los compatriotas y amigos, William, Juancho, Claudia. También al grupo de calidad, Rebeca, Mario, Ana Fuentes, M.J., con los cuales pude compartir ciertos momentos. Al grupo de Mulet, en especial a Ramón por su gran colaboración y ayuda en la resolución de mis problemas, y a Amaya por su valiosa colaboración en el intercambio de información sensorial de textura.

A todos los que ya no están aquí pero con los que compartí muchos buenos momentos, Lucho, Misael, Laura, Batiste, Beth, Ricardo, Jorge, Alfredo, Germán, Antonio, Melida, Snaider, Cristina.

A mi profesor de árabe, Carlos, y los compañeros de clase en especial a Joseph, con los que pude desarrollar una visión del mundo no tan occidental, a mi compañero de piso Wagdy, y a Isam por ayudarme en la comprensión de vuestro idioma y cultura.

Y a Migue y Lily por ser mi familia durante estos últimos años de intenso trabajo y crecimiento personal.

A mi madre, por motivarme a emprender este camino y ser un ciudadano del mundo.



## Resumen

La fibra dietética es un componente que, además de ser beneficioso para la salud, puede resultar adecuado para aumentar la viscosidad y otras propiedades relacionadas de determinados productos. No obstante, la procedencia de la misma, así como su concentración y el modo en que se adicione puede afectar a su funcionalidad. En este trabajo se ha realizado un estudio de las propiedades físico-químicas y estructurales de fibras dietéticas procedentes de diferentes frutas (limón, naranja y manzana), que puso de manifiesto un mayor contenido de sólidos insolubles de la fibra procedente de limón y naranja, con una importante proporción de partículas con estructura fibrosa en la primera. Por su parte, la fibra de manzana fue la que presentó mayor cantidad de sólidos solubles. Esta diferente composición afectó al comportamiento reológico de las suspensiones preparadas a partir de ellas, de manera que las de limón mostraron un carácter plástico y también tixotrópico a bajos gradientes de velocidad, probablemente asociados a la presencia de las partículas fibrosas. Por otra parte, la mayor viscosidad de las suspensiones con fibra de limón, especialmente a bajos gradientes de velocidad, permitiría recomendarla para la estabilización de sistemas frente a la sedimentación o cremado. Respecto a la metodología para la preparación de las suspensiones, ésta debe permitir la máxima solubilización de los componentes solubles de las fibras, a fin de evitar su evolución durante el almacenamiento. En este sentido, la homogeneización debe ser intensa (del orden de 8000 rpm) y aplicada durante tiempos largos (15-20 minutos) o a temperaturas altas (60 °C).

Los atributos sensoriales que contribuyen en mayor medida a la definición de la textura de estas suspensiones son, por una parte, la cantidad y tamaño de partículas y la granulosis, que se detectan de forma especial en la fibra de naranja y que se relacionan con los sólidos insolubles, probablemente más por el tipo que por la cantidad. Estos atributos son los más relacionados con los valores instrumentales de viscosidad obtenidos a altos gradientes de velocidad. Por otra parte, la fluencia, la consistencia y la viscosidad son los atributos sensoriales que parecen correlacionarse mejor con las medidas instrumentales obtenidas a bajos gradientes de velocidad. La percepción de estos atributos aumenta al aumentar la concentración de fibra, siendo más intensa su percepción para la fibra de limón.

## Resum

La fibra dietètica és un component que, a més de ser beneficiós per a la salut, pot resultar adequat per a augmentar la viscositat i altres propietats relacionades de determinats productes. No obstant això, la procedència de la mateixa, així com la seua concentració i el mode en què s'addiciona pot afectar a la seua funcionalitat. En aquest treball s'ha realitzat un estudi de les propietats fisicoquímiques i estructurals de fibres dietètiques procedents de diferents fruites (llima, taronja i poma), que va posar de manifest un major contingut de sòlids insolubles de la fibra procedent de llima i taronja, amb una important proporció de partícules amb estructura fibrosa en la primera. Per la seua banda, la fibra de poma va ser la que va presentar major quantitat de sòlids solubles. Aquesta diferent composició va afectar al comportament reològic de les suspensions preparades a partir d'elles, de manera que les de llima van mostrar un caràcter plàstic i també tixotròpic a baixos gradients de velocitat, probablement associats a la presència de les partícules fibroses. D'altra banda, la major viscositat de les suspensions amb fibra de llima, especialment a baixos gradients de velocitat, permetria recomanar-la per a l'estabilització de sistemes enfront de la sedimentació o cremat. Respecte a la metodologia per a la preparació de les suspensions, aquesta ha de permetre la màxima solubilització dels components solubles de les fibres, a fi d'evitar la seua evolució durant l'emmagatzemament. En aquest sentit, l'homogeneïtzació ha de ser intensa (de l'orde de 8000 rpm) i aplicada durant temps llargs (15-20 minuts) o a temperatures elevades (60 °C).

Els atributs sensorials que contribueixen en major mesura a la definició de la textura d'estes suspensions són, d'una banda, la quantitat i tamany de partícules i la granulositat, que es detecten de forma especial en la fibra de taronja i que es relacionen amb els sòlids insolubles, probablement més pel tipus que per la quantitat. Estos atributs són els més relacionats amb els valors instrumentals de viscositat obtinguts a alts gradients de velocitat. D'altra banda, la fluència, la consistència i la viscositat són els atributs sensorials que pareixen correlacionar-se millor amb les mesures instrumentals obtingudes a baixos gradients de velocitat. La percepció d'estos atributs augmenta a l'augmentar la concentració de fibra, sent més intensa la seua percepció per a la fibra de llima.

## Abstract

Dietetic fiber is a compound that, despite its benefits to human health, may be appropriated to increase the viscosity and other related properties of determined compounds. Nevertheless, its origin, concentration level and the procedure used to add it may affect its functionality. In this work an study of the physicochemical and structural properties of dietetic fiber of different origin (lemon, orange and apple) was carried out. Obtained results showed a greater insoluble solid content of lemon and orange fibers, with a high content of fibrous particles in the first one. The apple fiber showed a greater soluble solid content. These compositional differences supposed differences in the rheological behaviour of the suspensions prepared with them, so that lemon ones showed a plastic and thixotropic behaviour at low shear rates, probably related to the presence of fibrous particles. On the other hand, the greater viscosities of the suspensions with lemon fiber, especially at low shear rates, allow us to recommend it for the stabilization of systems from sedimentation or creaming. Related to the procedure used to prepare the suspensions, this may allow the maximum solubilization of the soluble compounds of the fiber, in order to avoid its evolution with time. In this sense, a deep homogenization (about 8000 rpm) must be carried out during long time (15-20 min) or at high temperature (60 °C). The sensory attributes that most contribute to the definition of the texture of these suspensions were, by one hand the particles quantity and size and the granulosity, that were specially detected in the orange fiber and that are related with the insoluble solids but probably more with its type than with its quality. These attributes are the most related with the instrumental values of viscosity obtained at high shear rate. On the other hand, the fluency, consistency and viscosity were the attributes increases when the fiber content increases, being more intense its perception for the lemon fiber.



## ÍNDICE

Resumen.....	i
<b>1. JUSTIFICACIÓN DEL TRABAJO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO.....</b>	<b>5</b>

### **CAPÍTULO I. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA Y ESTRUCTURAL DE LAS FIBRAS.**

<b>I.1. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>13</b>
I.1.1. La fibra dietética.....	13
I.1.2 Composición de la fibra dietética y funcionalidad.....	14
I.1.3. Efectos de la fibra dietética en la salud.....	20
I.1.4. Fuentes de fibra dietética.....	23
I.1.5. Obtención industrial de fibra dietética.....	24
I.1.6. Tratamientos utilizados para mejorar la funcionalidad de las fibras.....	27
I.1.6.1. Tratamientos con peróxido de hidrógeno en medio alcalino.....	27
I.1.6.2. Modificaciones por medio de extrusión.....	28
I.1.6.3. Modificaciones enzimáticas.....	29
I.1.7. Desarrollo de alimentos funcionales por medio de fibras dietéticas.....	29
<b>I.2. MATERIALES Y MÉTODOS.....</b>	<b>35</b>
I.2.1. Materias Primas.....	35
I.2.2. Análisis del contenido en sólidos solubles e insolubles.....	36
I.2.3. Contenido de humedad de las fibras estudiadas.....	38
I.2.4. Análisis de la pectina total (PT) y de la pectina hidrosoluble (PHS).....	38
I.2.4.1 Tratamiento de la muestra para obtener los extractos de PHS y PT.....	39

I.2.4.2. Determinación del ácido galacturónico (AGU) en los extractos de PHS y PT.....	40
I.2.4.3. Curva de calibración para la determinación del AGU.....	41
I.2.5. Determinación de la capacidad de retención de agua (CRA).....	41
I.2.6. Observación microscópica de las preparaciones utilizando tinciones con azul de toluidina.....	42
<b>I.3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>45</b>
I.3.1. Evaluación de las características físico-químicas (humedad, sólidos insolubles, sólidos solubles, capacidad de retención de agua, pectina total, pectina hidrosoluble) de las fibras de limón, naranja y manzana.....	45
I.3.2. Observaciones mediante el uso de microscopio óptico de los diferentes tipos de fibra estudiados.....	50
I.3.2.1. Fibra de limón en seco.....	51
I.3.2.2. Preparación de fibra de limón al 3% en disolución de agua y sacarosa.....	52
I.3.2.3. Preparación de fibra de naranja a una concentración del 5,5% con un 2% de pectina.....	53
I.3.2.4. Preparación de fibra de manzana a una concentración del 8% con un 2% de pectina.....	55
<b>I.4. CONCLUSIONES.....</b>	<b>59</b>

## **CAPÍTULO II. CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LAS SUSPENSIONES DE FIBRA DE FRUTA**

<b>II.1. INTRODUCCIÓN</b> .....	63
II.1.1 Caracterización del comportamiento reológico de los alimentos.....	63
II.1.2 Estructura del alimento y su relación con las medidas reológicas.....	70
II.1.3. Influencia de la fibra en el comportamiento reológico de los alimentos....	76
<b>II.2 MATERIAL Y MÉTODOS</b> .....	81
II.2.1. Preparación de las suspensiones de fibra.....	81
II.2.1.1. Fibra de Limón.....	81
II.2.1.2. Fibras de Naranja y Manzana.....	83
II.2.2. Caracterización reológica.....	85
II.2.2.1. Obtención de los reogramas a 25°C.....	85
II.2.2.2. Estudio de la influencia de la temperatura en el reograma.....	85
II.2.2.3. Estudio de la dependencia del comportamiento reológico con el tiempo de cizalla.....	86
II.2.3. Análisis estadístico de los datos.....	86
<b>II.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	87
II.3.1 Estudio del efecto del método de preparación en el comportamiento reológico de suspensiones de fibra de limón.....	87
II.3.2 Estudio del efecto de la temperatura en el comportamiento reológico de una suspensión de fibra de limón al 2,5 %.....	96
II.3.3. Estudio del efecto de la concentración y del tiempo de almacenamiento en el comportamiento reológico de suspensiones de fibra de limón, naranja y manzana a 25 °C.....	100

II.3.4. Estudio de la influencia del tiempo en el comportamiento reológico de las suspensiones de fibra de limón, naranja y manzana a 25 °C.....	115
--	-----

<b>II.4. CONCLUSIONES.....</b>	<b>123</b>
--------------------------------	------------

### **CAPÍTULO III. CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES TEXTURALES DE LAS SUSPENSIONES DE FIBRA.**

<b>III.1. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>129</b>
---------------------------------	------------

III.1.1. Concepto de textura y técnicas para su evaluación.....	129
---	-----

III.1.2 Herramientas estadísticas en la evaluación de resultados sensoriales.....	138
---	-----

III.1.3 Las relaciones entre respuestas sensoriales e instrumentales.....	144
---	-----

<b>III.2. MATERIALES Y MÉTODOS.....</b>	<b>151</b>
---	------------

III.2.1. Caracterización instrumental de propiedades relacionadas con la textura.....	151
--	-----

III.2.1.1. Materias Primas.....	151
---------------------------------	-----

III.2.1.2 Preparación de las suspensiones de fibra de fruta.....	151
--	-----

III.2.1.3 Caracterización instrumental de propiedades texturales de las fibras.....	152
--	-----

III.2.1.3.1 Medidas por medio de un viscosímetro de fluido infinito.....	152
---	-----

III.2.1.3.2 Medidas por medio de un consistómetro.....	152
--	-----

III.2.1.3.3. Medidas por medio de un reómetro.....	153
--	-----

III.2.2. Evaluación sensorial de las propiedades de textura.....	153
--	-----

III.2.2.1. Selección de los atributos sensoriales a evaluar.....	153
--	-----

III.2.2.2. Evaluación sensorial de las formulaciones de fibra en base a los atributos seleccionados.....	156
---	-----

III.2.2.3. Análisis estadístico de los resultados obtenidos en la evaluación sensorial.....	158
III.2.3 Correlación entre las medidas sensoriales y las instrumentales.....	158
<b>III.3. RESULTADOS Y DISCUSION.....</b>	<b>159</b>
III.3.1. Caracterización instrumental de algunas propiedades texturales de las suspensiones de las fibras.....	159
III.3.1.1 Caracterización instrumental por medio de reómetros rotacionales.....	159
III.3.1.2 Caracterización instrumental por medio de viscosímetro Brookfield (VB) y consistometro Bostwick (CB).....	162
III.3.2. Evaluación sensorial de algunas propiedades texturales de las suspensiones de las fibras.....	174
III.3.2.1. Selección de los atributos de textura a evaluar.....	174
III.3.2.2. Evaluación sensorial de los atributos de textura seleccionados en las suspensiones de fibra.....	177
III.3.3. Correlación entre los resultados sensoriales y las medidas instrumentales.....	191
<b>III.4. CONCLUSIONES.....</b>	<b>201</b>
<b>3. BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>205</b>

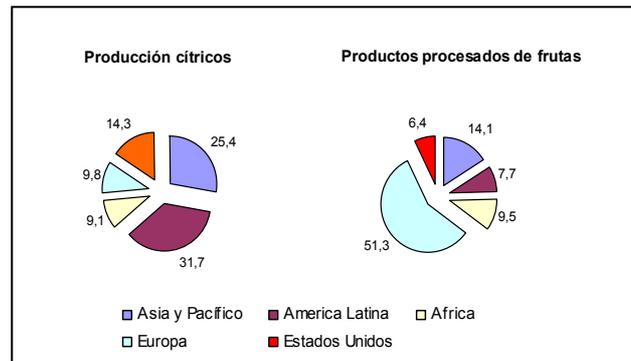


### 1. JUSTIFICACION E INTERÉS DEL TRABAJO

Los estilos de vida actuales están provocando cambios en los hábitos alimenticios, que nos llevan a consumir cada vez más productos procesados de larga vida útil y fácil preparación y consumo. Un ejemplo típico de este tipo de productos procesados, son los zumos, concentrados, mermeladas, jaleas, purés, etc. obtenidos a partir de frutas y hortalizas, con los que se trata de compensar la disminución que se ha observado en los últimos años de estos productos frescos, que se ha calculado en un 14% entre los años 1990 y 2000 (MAPA). Por ejemplo, de la producción mundial de cítricos, que ascendió a 103,089,452 Tm en el año 2001 (FAOSTAT), las regiones con mayores cuotas de producción, como muestra la Figura 1, fueron América Latina con un 31,7% y Asia y Pacífico con un 25,4%. Sin embargo, como muestra la Figura 1, fue en Europa -con un 51,3%- en donde hubo una mayor producción de productos procesados derivados de frutas, del total de 50,358,246 Tm del mismo año (FAOSTAT). Este hecho refleja como un mayor desarrollo tecnológico permite un mayor lanzamiento de nuevos y mejores productos procesados y que a su vez permiten comercializar los excedentes de producción de algunas frutas y combatir su estacionalidad.

## 1. Justificación

---



**Figura 1. Valores comparativos de producción de cítricos y de los productos procesados de fruta para el año 2001 según base de datos electrónica FAOSTAT.**

En estos productos procesados, las propiedades nutricionales y algunas de las sensoriales de la fruta original (como el aroma y el color) son de gran importancia en su calidad, así como el poseer una textura apropiada y que incentive el interés del consumidor y contribuya a la aceptación del producto. Conseguir estos objetivos lleva en muchos casos a incorporar aditivos que contribuyan a mejorar su calidad. En este sentido, este trabajo se ha centrado en la caracterización de propiedades relacionadas con la textura de suspensiones de fibras alimentarias en disoluciones modelo azucaradas. Estos sistemas pretenden simular comportamientos reológicos similares a los mostrados por algunos productos obtenidos del procesamiento de las frutas como mermeladas, concentrados, néctares, etc.

La textura no responde a una única propiedad física, sino que abarca un conjunto de sensaciones dependientes de la composición y estructura de los productos que se perciben durante la manipulación e ingesta de los mismos y que,

## 1. Justificación

---

por lo tanto, solo puede ser evaluada en su totalidad mediante pruebas sensoriales. Sin embargo, dada la complejidad de la realización de este tipo de pruebas, es conveniente encontrar métodos instrumentales de medida de algunas de las propiedades texturales que son más características de determinados productos. Para la correcta selección de los atributos a evaluar y de las mejores medidas instrumentales es necesaria la realización de ambos tipos de pruebas y la aplicación de métodos estadísticos que ayuden a ordenar e interpretar los resultados.

En base a esto, se han planteado los objetivos específicos de este trabajo que se detallan en el punto siguiente.







## 2. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO

El Objetivo general planteado en esta Tesis consistió en detectar los atributos sensoriales que contribuyen en mayor medida a la definición de la textura de productos de alta viscosidad y encontrar los métodos de medida instrumental de la misma que mejor se correlacionen con éstos. Para ello se trabajó con productos comerciales y con sistemas modelo formulados a partir de disoluciones de azúcar y fibra añadida de diferente procedencia: limón, naranja y manzana.

El plan de trabajo a seguir para cumplir este objetivo general se expone a continuación, agrupado por capítulos a fin de cumplir unos objetivos específicos.

Los objetivos del **capítulo I** fueron:

1. Caracterización de los componentes de las diferentes fibras alimentarias que de forma mayoritaria pueden contribuir al comportamiento reológico mostrado por las mismas.
2. Caracterización de algunas propiedades físicas que puedan estar relacionadas con dicho comportamiento reológico.
3. Análisis de las diferencias que presentan las tres fibras estudiadas en las propiedades analizadas.

Para la consecución de estos objetivos, el plan de trabajo de este capítulo consistió en:

1. Analizar la composición de suspensiones de las diferentes fibras estudiadas en lo que se refiere al contenido en sólidos solubles e insolubles por medio de evaluaciones gravimétricas, así como en la capacidad de retención de agua, evaluada por centrifugación y desecación.

## 2. Objetivos y Plan de Trabajo.

---

2. Analizar de forma específica el contenido de pectina total e hidrosoluble de las fibras (limón, naranja y manzana), cuantificado por medio del contenido en ácido galacturónico, por ser esta macromolécula un componente clave a la hora de impartir viscosidad a los sistemas alimentarios.
3. Realizar observaciones de la estructura de suspensiones de las diferentes fibras mediante su tinción con azul de toluidina utilizando un microscopio óptico.

Los objetivos del **capítulo II** fueron:

1. Establecimiento de un diseño de formulaciones y del procedimiento de preparación de suspensiones de fibras alimentarias de limón, manzana y naranja, de composición controlada (formulaciones modelo), cuya consistencia cubra el intervalo usual de productos comerciales (cremogenados, néctares, mermeladas y jaleas sin fragmentos macroscópicos de fruta).
2. Caracterización reológica de las formulaciones preparadas por métodos fundamentales, para la obtención de los parámetros reológicos característicos de cada producto.
3. Evaluación del efecto del método de preparación, del tiempo de almacenamiento, de la temperatura y del tiempo de cizalla en el comportamiento reológico de las suspensiones de fibra.

Para la consecución de los objetivos del capítulo II, el plan de trabajo propuesto contempló los siguientes aspectos:

1. Puesta a punto del método de preparación de las suspensiones de fibras alimentarias. Esta parte se realizará con la fibra de limón y se considerarán

## 2. Objetivos y Plan de Trabajo

---

las siguientes variables: tipo y tiempo de agitación y temperatura durante la preparación.

2. Caracterización reológica de las suspensiones preparadas a las 24h y después de 20 días de almacenamiento: análisis y modelización de las curvas de flujo obtenidas utilizando un reómetro.
3. Estudio de la influencia de las variables mencionadas en el punto 1 en el comportamiento reológico observado.
4. Selección de un método de preparación para la formulación de las suspensiones de fibra.
5. Preparación de suspensiones de fibras de limón, naranja y manzana de diferente concentración, por el método seleccionado en el punto anterior. Almacenamiento de los productos a 5 °C.
6. Caracterización de la curva de flujo de cada una de las suspensiones preparadas, a las 24 h y a los 20 días de su formulación, a temperatura constante. Modelización de las curvas de flujo obtenidas. Modelización de la influencia de la concentración de cada fibra en la viscosidad que desarrolla en la suspensión. Estudio comparativo de la viscosidad alcanzada con los tres tipos de fibra estudiados. Estudio de la influencia del tiempo de almacenamiento en el comportamiento reológico de las muestras: obtención de curvas de flujo aplicando barridos ascendentes y descendentes de gradientes de velocidad, separados en intervalos de tiempo diferentes.
7. Selección de un nivel de concentración de cada fibra y estudio de la influencia de la temperatura en el comportamiento reológico: obtención de las curvas de flujo a diferentes temperaturas. Modelización de las curvas de flujo. Modelización de la variación de la viscosidad en función de la temperatura.

## 2. Objetivos y Plan de Trabajo.

---

8. Interpretación del comportamiento reológico estudiado en base a la composición y propiedades estudiadas en el capítulo I para los tres tipos de fibras.

Los objetivos del **capítulo III** fueron:

1. Desarrollo de un vocabulario sensorial apropiado, basado en los estándares, normas y literatura relacionada para evaluar las propiedades de textura en productos de alta viscosidad del tipo de néctares, mermeladas, papillas, etc.
2. Selección de los atributos de textura más característicos en este tipo de productos.
3. Caracterización sensorial de suspensiones de fibra de limón, naranja y manzana, en base a los atributos seleccionados, e identificación de los más característicos en cada tipo de fibra y nivel de concentración.
4. Caracterización instrumental de propiedades relacionadas con la textura de suspensiones de fibra de limón, naranja y manzana.
5. Estudio de las relaciones entre los parámetros instrumentales y los atributos sensoriales en aras a determinar el (los) mejor(es) método(s) instrumental(es) de medida aplicar para la evaluación de propiedades texturales de las suspensiones de fibra.

Para la consecución de los objetivos del capítulo III, el plan de trabajo incluye:

1. Revisión de la bibliografía para seleccionar los atributos más relacionados con la textura de productos de alta viscosidad, así como la definición de cada uno de ellos.

## 2. Objetivos y Plan de Trabajo

---

2. Análisis sensorial de productos comerciales mediante la realización de pruebas descriptivas cualitativas para identificar cuáles de los atributos seleccionados a partir del punto 1 son los más relevantes en la definición de la textura. Para ello se utilizará un panel de 10-15 jueces y se aplicarán técnicas de análisis multivariante multidimensional *scaling*.
3. Preparación de suspensiones de las tres fibras, a diferente concentración, y evaluación de los atributos sensoriales seleccionados del punto 2 mediante la realización de pruebas descriptivas cuantitativas (pruebas escalares). Análisis estadístico de los datos, utilizando los procedimientos univariantes y multivariantes más adecuados, para identificar los atributos sensoriales más importantes en la definición de las propiedades texturales de cada tipo de fibra y nivel de concentración.
4. Caracterización instrumental de las mismas suspensiones de fibra utilizadas en la evaluación sensorial. Se obtendrá la curva de flujo utilizando un reómetro, la viscosidad con un viscosímetro de fluido infinito y la consistencia mediante el consistómetro Bostwick. Correlación entre los diferentes resultados obtenidos.
5. Correlación entre los datos instrumentales y sensoriales, utilizando la técnica estadísticas multivariantes de proyección sobre estructuras latentes (PLS).





## Capítulo I

---





## **CAPÍTULO I. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA Y ESTRUCTURAL DE LAS FIBRAS.**

### **I.1 INTRODUCCIÓN**

#### **I.1.1 La fibra dietética.**

La fibra dietética puede obtenerse de una gran variedad de alimentos naturales tales como cereales de grano entero, leguminosas, frutas y vegetales o bien de productos procesados ricos en fibra que puede encontrarse en una forma diferente a la de su estado natural pero más accesible o conveniente.

Debido a sus propiedades saludables, el consumo de fibra dietética recomendado en la mayoría de los países de Europa es del orden de 20-35g de fibra diaria (Cho et al., 1999). No obstante, los niveles de consumo en Estados Unidos, la región Asia-Pacífico y la mayoría de las naciones industrializadas de Europa están muy por debajo de los niveles recomendados. Por ejemplo, en Estados Unidos el consumo de fibra analizado como fibra dietética total (FDT) se encuentra entre 10 y 15 g/día y las estimaciones en Europa basadas en métodos que miden la fibra como carbohidratos no disponibles se encuentran entre 18 y 25 g/día. Incluso en el Reino Unido y en regiones como Escandinavia el consumo de carbohidratos diferentes al almidón (celulosa, hemicelulosa,  $\beta$ -glucanos, pectina, gomas y mucílagos) se encuentra entre 13 y 18 g/día (Cho et al., 1999). En este sentido, parece recomendable formular productos enriquecidos en fibra.

Pero, además, la fibra dietética presenta una funcionalidad muy variada en relación con los aspectos organolépticos, microestructurales, mecánicos/físicos y propiedades químicas de los alimentos que la contienen, como las que se resumen en la **Tabla 1.1**. Por este motivo, la formulación de productos con un alto

contenido en fibra dietética presenta, frecuentemente, algunos retos relacionados con aspectos organolépticos y de procesado, especialmente en lo que se refiere a la textura y sabor. Por ello, se ha dedicado un considerable esfuerzo para comprender las características funcionales de la fibra en el alimento en donde se incorpora.

**Tabla 1.1. Parámetros relacionados con la funcionalidad de los alimentos.\***

Funcionalidad	Parámetros
Sensorial	Cohesividad Dureza Crujiencia Gomosidad
Mecánico/físico	Densidad Expansión Esfuerzo/Resistencia Viscosidad
Microestructural	Celularidad Cristalinidad Porosidad Uniformidad
Funcional	Retención de agua Emulsificación Untabilidad Capacidad de batido (overrum)

\* Adaptado de Dreher (1999)

En este apartado se hace un resumen de la composición de la fibra y su funcionalidad en los alimentos, sus efectos sobre la salud, las fuentes de fibra, los métodos de obtención industrial y los posibles tratamientos para mejorar su funcionalidad.

### **I.1.2. Composición de la fibra dietética y funcionalidad.**

La fibra dietética total (FDT) es el término analítico utilizado para cuantificar la fibra dietética, la cual incluye fibra dietética insoluble (FDI) y fibra dietética soluble (FDS). La fibra insoluble se compone, fundamentalmente, de fragmentos

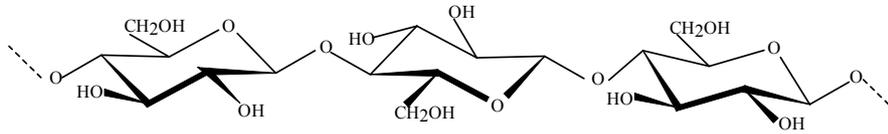
de las paredes celulares que contienen celulosa, lignina y hemicelulosa. La fibra soluble por su lado contiene, mayoritariamente, polisacáridos no-celulósicos tales como pectina, gomas y mucílago. Cerca del 75% de la fibra dietética en los alimentos esta presente en la forma de fibra insoluble, sin embargo, la mayoría de las fuentes de fibra en la actualidad son mezclas de ambas fibras, insolubles y soluble (Dreher, 1999). La tabla 1.2. muestra los polisacáridos que de forma mayoritaria contribuyen a la estructura de los diferentes componentes de la fibra.

**Tabla 1.2. Polisacáridos de la pared celular de las plantas superiores (Aspinall, 1982)**

Categoría general	Clasificación estructural
Celulosa	$\beta$ -D-glucanos (uniones en C4)
Sustancias pécticas	Galacturonas y ramnogalacturonas Arabinanos Galactanas y arabinogalactanas I ( <sup>1</sup> )
Hemicelulosas	Xilanos (incluyen arabinoxilanos y cadenas con grupos 4-O-metil) y glucuronoxilanos $\beta$ -D-glucanos (uniones en C3 y C4) Xiloglucanos (D-glucanos unidos por C4, con cadenas laterales adjuntas)
Otros polisacáridos	Arabinogalactanas II ( <sup>1</sup> ) Glucuronomannanas

(<sup>1</sup>) Arabinogalactanas del tipo I son esencialmente lineales y contienen cadenas de  $\beta$ -D-galactanas con uniones en C4, mientras que las de tipo II contienen cadenas ramificadas de  $\beta$ -D-galactanas con uniones en C3 y C6.

La **celulosa** en particular, esta compuesta de restos de  $\beta$ -glucopiranososa (**Figura 1.1**) y es el componente principal de las paredes de las células vegetales, donde se encuentra asociada a hemicelulosa, pectina y lignina.



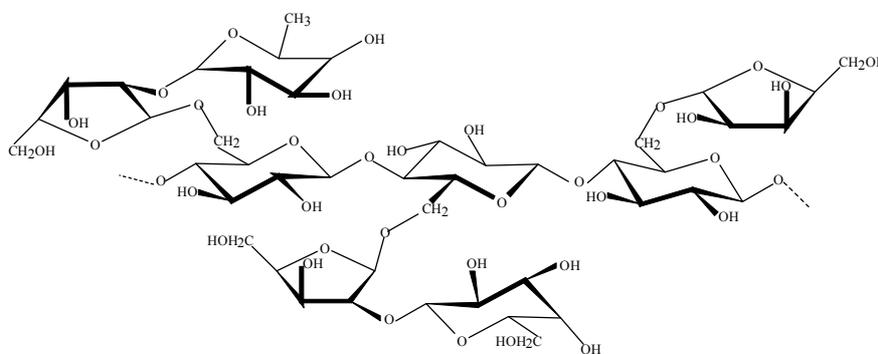
**Figura 1.1. Unidad estructural básica de la celulosa, compuesta de restos de  $\beta$ -glucopiranosos unidos por enlaces (1 $\rightarrow$ 4).**

La **hemicelulosa**, ampliamente distribuida en las plantas, incluye sustancias que rellenan los espacios que existen entre las fibrillas de celulosa de las paredes celulares vegetales por lo que actúan como material de soporte para mantener las células juntas. La hemicelulosa está constituida por pentosas y hexosas distribuidas de forma ramificada y lineal conformando polímeros tipo polisacáridos denominados no-celulósicos. La hemicelulosa tiene un peso molecular menor que la celulosa y contiene como azúcares constitutivos a la xilosa, arabinosa, galactosa, manosa, glucosa, ácido glucurónico y ácido galacturónico (Lineback, 1999). Normalmente es insoluble, pero puede ser también parcialmente soluble. Su estructura puede responder a una amplia diversidad de polímeros, que pueden contener además proteínas y fenoles (Hoseney, 1986; Dreher, 1987), pero que se clasifican de acuerdo al monómero del carbohidrato con mayor predominio como ilustra la **Tabla 1.2**.

Los xilanos son los polímeros con la mayor distribución y presencia como componente hemicelulósico de la pared celular. La cadena básica de los xilanos está compuesta de  $\alpha$ -D-xilosa con uniones 1 $\rightarrow$ 4 y uniones unitarias a unidades de ácido (4-O-metil)- $\alpha$ -D-glucopiranosilurónico y  $\alpha$ -L-arabinofuranosa. Esta última unidad puede estar a su vez sustituida conformando una cadena ramificada con componentes que pueden comprender a la D-galactosa, L-galactosa y D-xilosa. Un

ejemplo de la complejidad estructural de las hemicelulosas puede observarse con los xiloglucanos representados en la **Figura 1.2.**, que pueden encontrarse en manzana, patatas y judías, entre otros.

Aunque los residuos de arabinosil juegan un papel importante en la solubilidad del polímero y en la forma de la molécula en los arabinosilanos, parece que no existe una relación consistente entre la solubilidad y el grado de sustitución con las unidades de arabinosa. Los arabinosilanos solubles en agua (pentosanos) tienen una importancia funcional por su capacidad de “ligar” agua y la habilidad de incrementar la viscosidad (Lineback, 1999), aspecto importante en la elaboración de las masas de bollería (Dreher, 1999). Por su parte, la fracción insoluble aporta otras características más adecuadas para otro tipo de productos, como las galletas, a las que confiere el carácter más seco y menos elástico del producto (Jeltema y Zabik, 1979).



**Figura 1.2.** Estructura básica de hemicelulosa que muestra una fracción de los xiloglucanos que predominan en las *Dicotyledoneae* y que presentan en este ejemplo el de una variedad de judías (Belitz y Grosch, 1997).

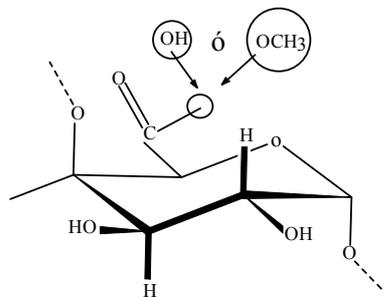
La **lignina** es un polímero aromático amorfo de alto peso molecular compuesto de residuos de fenil-propano que forman una matriz tipo a base de la condensación de tres alcoholes fenólicos primarios (coniferil, sinapil, y p-coumaril

alcoholes) (Dreher, 1987). La lignina se encuentra o bien asociada a células maduras de las plantas o bien concentrada en el tejido celular que tiene funciones especializadas de soporte vegetal. Dentro de sus propiedades funcionales puede destacarse sus propiedades antioxidantes en presencia en aceites de vegetales (Catignani y Carter, 1982).

La **pectina** tiene un uso industrial ampliamente conocido por su capacidad de ligar agua, por lo que son utilizadas en la industria de alimentos como agente gelificante, espesante y agente que ayuda a mantener ciertas suspensiones. Se obtiene, fundamentalmente, de las pieles de los cítricos y de restos de manzana, que las contienen, respectivamente, en un 20-40% y 10-20% de la materia seca (Belitz y Grosch, 1997).

Su estructura básica se compone de unidades repetitivas de ácido  $\alpha$ -D-galacturónico con uniones (1 $\rightarrow$ 4). La ramnosa también puede estar presente en la cadena principal de la pectina en un 10%, junto con las cadenas laterales que pueden contener pequeñas cantidades de azúcares neutros como galactosa, arabinosa y xilosa (Aspinall, 1982). Los grupos metílicos esterificados en el grupo carboxilo de la cadena principal determinan el tiempo y velocidad relativa de gelificación y la fuerza del gel de pectina. El grado de metilación (GM) se utiliza como criterio para su clasificación en bajo metoxilo (LM) o alto metoxilo (HM) según sea el GM menor o mayor al 50%, respectivamente. Las de HM tienen una clasificación comercial adicional de acuerdo al tiempo de gelificación en lentas, medianas o rápidas. Las de gelificación rápida tienen un 75% GM y las de lenta gelificación cerca de un 60% GM. Generalmente, las pectinas de lenta gelificación se utilizan para productos dulces y las de rápida gelificación en productos como en mermeladas donde se quiere asegurar una distribución uniforme de las partículas fruta.

Las pectinas extraídas de los cítricos pueden ser empleadas como agentes nebulizantes en bebidas y dadas sus propiedades gelificantes y estabilizantes como bien se ha mencionado, tienen un uso amplio en la elaboración de mermeladas, conservas, dulces, salsas, productos procesados de tomate, bebidas carbonatadas y recubrimientos de fruta. Los atributos funcionales que presentan las pectinas dependen de su estructura, composición y de sus propiedades físicas (Lodge et al., 1987)



**Figura 1.3. Unidad básica de la molécula de pectina, ácido galacturónico, en el cual puede estar presente el grupo  $-OCH_3$  que determina el grado de metilación (GM) de la pectina.**

Dentro del grupo de fibras solubles se encuentran también **otras gomas**, las cuales comprenden hidrocoloides muy diversos como alginatos, carragenatos, goma de garrofin, guar, konjac, arábigo, karaya, tragacanto, xantana, gelana, goma de celulosa modificada químicamente, etc. Las gomas tienen la propiedad básica de espesar o aumentar la viscosidad así como actuar como agentes gelificantes. Se utilizan de forma extensiva en productos a bajos niveles (menor del 2%) para suspender partículas, emulsionar grasa, inhibir la cristalización del hielo, inhibir la sinerisis, formar films, e imitar o simular las propiedades de la grasa. Su uso a altos niveles ( $> 10\%$ ) tiende a ser limitado con algunas excepciones.

### **I.1.3. Efectos de la fibra dietética en la salud.**

La celulosa es un polisacárido que no es atacado por las enzimas del aparato digestivo del organismo humano y que constituye junto al resto de los polisacáridos llamados inertes o resistentes, la parte no digestible de los alimentos de origen vegetal denominada fibra bruta, de gran significación como inductora del peristaltismo intestinal (Belitz y Grosch, 1997). Además, se han estudiado los efectos beneficiosos de la fibra insoluble en su potencial de reducir el riesgo de padecer cáncer de colón rectal (Dreher, 1999).

En el **proceso fermentativo**, una vez que la fibra bruta o bien los oligosacáridos no digeribles llegan al intestino-colon, la mayoría de estos aunque no todos, son hidrolizados en cadenas de oligómeros y monómeros que posteriormente pueden metabolizarse por una, algunas o todas las bacterias anaeróbicas. Este proceso genera tanto gases que no son útiles para el organismo, como ácidos carboxílicos de cadena corta (ACCC) como el acetato, el propionato, el butirato y el L-lactato, que son metabolitos de gran importancia para el organismo puesto que pueden servir como sustratos intermediarios del metabolismo celular, e incluso como agentes moduladores determinantes en diversas rutas metabólicas (Roberfroid, 1999).

Dado que el proceso fermentativo que se lleva a cabo en el colon depende de las bacterias predominantes, Wang y Gibson (1993) han estudiado el efecto que puede producir la presencia en el medio de fructooligosacaridos como la inulina y su derivado parcialmente hidrolizado, la oligofructosa, en el desarrollo de estas bacterias del colon. Los autores encontraron un marcado crecimiento de bífidobacterias mientras que las poblaciones de bacteroides, lactobacilos, clostridios y coliformes se mantuvieron en niveles relativamente bajos o reducidos. La competencia e inhibición por parte de las bífido bacterias sobre otras bacterias involucra una alta especificidad de éstas con los fructooligosacaridos por la

secreción que éstas llevan a cabo de la enzima  $\beta$ -fructosidasa, la disminución del pH del medio como consecuencia de una intensa producción de ACCC, que a su vez es beneficiosa para el metabolismo, y por la posible producción de agentes bacteriocidas para géneros como el *Clostridium* (Meghrous, et al., 1990).

Por ello, además del término **productos probióticos**, aplicado a alimentos con microorganismos añadidos como los yogures en donde las bacterias atraviesan el tracto gastrointestinal hasta colonizar el colon, se ha propuesto el de **productos prebióticos** por Gibson y Roberfroid (1995) referido a aquellos productos a los que se han añadido oligosacáridos no digeribles como ingredientes alimentarios que modifican la composición de la microflora endógena del intestino.

Otra de las consecuencias del proceso fermentativo y de la absorción en el organismo humano de los productos de la fermentación esta asociada al **valor calórico** del consumo de fructooligosacaridos como un ejemplo particular. De hecho, al ser la inulina y la oligofructosa sustratos exclusivos en la fermentación del colón, tendrán por tanto un menor valor calórico que los carbohidratos equivalentes digeribles. Además, el uso de estos dos sustratos aunque sea de una forma mínima parcial directa o indirecta para el crecimiento de las bacterias, produce una reducción en su biodisponibilidad. En este sentido, Roberfroid (1999) menciona un enfoque teórico basado en la evidencia experimental y el conocimiento básico de la bioquímica para comparar la eficiencia metabólica, en términos de producción del ATP, de modo que puedan compararse el valor calórico efectivo que se produce entre la fructosa proveniente de los fructooligosacaridos de la endivia y de la sacarosa tomada como sustrato de digestión de referencia. En esta comparación, los fructooligosacaridos de la endivia tienen un valor calórico relativo respecto al de sacarosa del 25 al 35%, o de 1 a 1,5 kcal/g.

En el caso de la **biodisponibilidad de los minerales**, se ha cuestionado regularmente las posibles interferencias que la fibra dietética pueda ejercer en la absorción de iones la cual es relativa a los efectos fisiológicos que la fibra pueda producir en el intestino delgado y en el colon. Sin embargo, experimentos llevados a cabo por Delzenne, et al., (1995) en ratas alimentadas con una dieta con un suplemento de 10% de fructooligosacaridos o inulina, se demostró que el balance de Ca, Mg, y Fe en lugar de disminuir, se incrementó. Este incremento de la absorción de minerales en el intestino se ha observado en otros estudios, como el de Levrat et al., (1991) y Ohta et al., (1994) que alimentaron ratas con una dieta que contenía un 10% de inulina. Ambos estudios mostraron que las ratas alimentadas con productos sintéticos que contenían el fructooligosacárido, la absorción de  $Ca^{++}$ ,  $Mg^{++}$  y P fue significativamente mayor que en aquellas ratas que fueron alimentadas con una dieta enriquecida con lactosa. Además, estos estudios mostraron que los galactooligosacáridos no ejercían ningún efecto, así como que tanto la biodisponibilidad del Zn y del Cu, y la homeostasis de las vitaminas liposolubles A y E, no fueron modificadas por la presencia de los fructooligosacaridos de la endivia en la dieta.

Respecto a la relación de la fibra dietética con los **componentes grasos o lípidos** puede mencionarse el estudio llevado a cabo por Fiordaliso et al., (1995) donde se observó un efecto hipo-trigliceridémico de los fructooligosacaridos de la endivia, puesto que al mantener durante 3 meses un 10% de estos componentes en la dieta estándar de ratas de laboratorio, se observó de forma paralela una disminución del colesterol y fosfolípidos en el suero sanguíneo.

No obstante, en relación con estos efectos fisiológicos, debe diferenciarse entre la FDI (celulosa, lignina, algunas de las hemicelulosas) y FDS (pectina, gomas) (Thebaudin y Lefebvre, 1997; Grigelmo-Miguel et al., 1999), descritas con anterioridad. La fracción insoluble, está relacionada con la regulación intestinal,

mientras que los beneficios terapéuticos asociados a la fracción soluble se encuentran en la reducción significativa de los niveles de colesterol en plasma, especialmente el colesterol asociado con las lipoproteínas LDL y VLDL, así como un aumento en la excreción fecal de las sales biliares (Hillman et al., 1985; Isaksson et al., 1988; Anderson et al., 1991; Krebs-Smith et al., 1992; Usitupa, 1993; Guillon y Champ, 2000). Además, la pectina tiene un fuerte efecto en la reducción de los niveles de azúcar en sangre en pacientes diabéticos (Bolton et al., 1981; Toma y Curtis, 1986; Asp, 1990; Prosky et al., 1992; Vollendorf y Marlett, 1993). En términos de beneficios para la salud estos dos tipos de fibra son complementarios, por lo que un buen balance entre ambas con un 70-50% de fracción insoluble frente a un 30-50% de solubles, es decir, una relación cercana a 1:2 de FDS:FDI es considerado como el adecuado (Jaime et al., 2002; Shneeman, 1987).

Existe por otra parte, una considerable **evidencia epidemiológica y clínica** que demuestra una disminución significativa en la morbilidad y mortalidad debida a enfermedades cardiovasculares y otras como cáncer de colon y obesidad entre los consumidores de alimentos ricos en fibra (Eastwood, 1992; Gey et al., 1993; Hertog et al., 1993;1995; Jonson y Southgate, 1994; NIC, 1984).

#### **I.1.4. Fuentes de fibra dietética.**

Es bien conocido que la fuente de fibra insoluble más común se encuentra en productos como cereales comerciales y de grano entero, sin embargo, otras buenas fuentes de fibra insolubles se encuentran en las alubias secas, los guisantes, vegetales y los frutos secos (nuez, almendra, avellana, etc.). Por su parte, la avena de grano entero y la cebada, salvado de avena, algunas frutas, alubias secas y otras legumbres son buenas fuentes de fibra soluble.

En la **Tabla 1.3** se presentan los contenidos de fibra insoluble y soluble de algunas frutas, dado que en esta investigación las materias primas de trabajo se centraron en productos de fibra derivados de frutas. En esta tabla, los contenidos de fibra mostrados son en relación con la parte comestible de la fruta por lo que los valores no incluyen otras posibles fuentes de fibra como lo es el albedo o parte blanca de la piel de los cítricos, que se utiliza para la extracción y elaboración de fibras dietéticas comerciales.

**Tabla 1.3 Humedad y contenido de fibra en frutas y productos derivados (\*)**

Fruta y derivados de fruta	Humedad	Fibra Dietética (g/100 g porción comestible)		
		Total	Insoluble	Soluble
Manzana (Roja):				
Sin pelar	83,6	2,0	1,8	0,2
Pelada	84,6	1,5	1,3	0,2
Granny Smith, sin pelar	83,8	2,7	2,4	0,3
Salsa de manzana:				
Endulzada	79,6	1,2	1,0	0,2
Sin endulzar	88,4	1,5	1,3	0,2
Albaricoque seco	31,1	7,8	6,0	1,8
Albaricoques en nectar	84,9	0,6	0,5	0,1
Arándanos:				
Fresco	85,4	2,7	2,4	0,3
Congelado	83,5	3,2	2,5	0,7
Pomelo:				
Fresco	87,8	1,8	0,7	1,1
Jugo	90,1	0,5	0,0	0,5
Nectarina	89,7	1,2	0,8	0,4
Naranja:				
Fresca	86,0	1,8	0,7	1,1
Jugo	89,4	0,4	0,1	0,3
Pasa seca	26,2	7,3	3,1	4,2
Fresas:				
Fresca	90,5	2,2	1,3	0,9
Congelada	75,0	1,6	0,9	0,7
Mermelada	31,8	0,9	0,7	0,2

(\*) Datos tomados de Dreher, M., (1999).

### I.1.5. Obtención industrial de fibra dietética.

Los procesos de extracción de fibra en forma concentrada para su uso, en general, como ingrediente, parten de subproductos de otras operaciones

alimentarias, como ocurre en el caso del salvado de trigo, la fibra de soya (salvado y el cotiledón) y la fibra de manzana, cítricos o pulpa de remolacha, por ejemplo, siendo las tres últimas una importante fuente de gran cantidad de sustancias pécticas (Kar y Arslan, 1999). Los extractos y concentrados de fibra, dependiendo del proceso de extracción, tienen propiedades físicas y nutricionales diferentes a las del material originario puesto que las vitaminas, minerales y los fitoquímicos se eliminan junto con la proteína, los lípidos y el almidón.

La técnica más tradicional de extracción de fibra se centra en operaciones de **molido** de las distintas fuentes naturales de fibra. Este molido, en el caso de granos, separa el salvado del endospermo, dando lugar a un producto con menor cantidad de fibra insoluble y también de fibra total, ya que en el salvado es rico en celulosa y lignina mientras que el endospermo contiene una mayor proporción de moléculas solubles en agua, principalmente en hemicelulosa. Este tratamiento físico no modifica las moléculas de fibra en cada subproducto, ya sea el salvado o la harina, por lo que las diferencias entre los distintos tipos de harinas se deben fundamentalmente a la cantidad de fibra sustraída durante el molido.

Así mismo, la reducción del tamaño de partícula que ocurre como consecuencia de la molienda de los materiales utilizados para obtener fibras puede afectar la capacidad de retención de agua de acuerdo con la composición y el proceso previo que pudo tener la fibra antes de su molienda. Por ejemplo, el molido puede reducir la capacidad de retención de agua de una harina de salvado que previamente ha sido sometida a un proceso con vapor, por ejemplo en un escaldado, y con un posterior secado para la inactivación enzimática, pretratamientos que, de por sí, ya modifican la estructura celular.

Por otra parte, las porciones más duras de los alimentos probablemente sean ricas en lignina y celulosa, las cuales son más resistentes al molido, mientras que

las porciones menos duras pueden contener más almidón y otros polisacáridos solubles en agua. Estas fracciones a su vez tendrán diferentes propiedades de hidratación y, por lo tanto, distintas propiedades funcionales. Por ejemplo, las partículas más pequeñas obtenidas de una molienda empleando un molino de martillos en el salvado de trigo, la fibra de remolacha o la fibra de cítricos presentan menor capacidad tanto de retención de agua como de aumento de volumen. No obstante, la capacidad de retención de agua es mayor en las pequeñas partículas obtenidas de la cascarilla del guisante, lo que probablemente se deba al incremento del tamaño del poro inducido en la molienda de la cascarilla del guisante (Camire, 1999).

Finalmente debe mencionarse que el tipo de molino también influye en el tamaño de partícula obtenido. Un molino Wiley produce un mayor porcentaje de partículas gruesas con un mayor tamaño que lo que puede obtenerse con un molino tipo Cyclotec (Camire, 1999).

La **extracción química**, como la que se lleva a cabo para obtener gomas a partir de avena, implica un tratamiento del salvado de avena con una solución acuosa de carbonato de sodio (pH 10) a 40°C (Camire, 1999). Las propiedades de la fibra obtenida dependen, en este caso, de cómo se lleve a cabo el proceso de concentración de la fibra. La aplicación de diálisis al extracto produce gomas con mayores viscosidades que si el tratamiento se lleva a cabo por medio de ultrafiltración o métodos de precipitación con metanol. La precipitación con alcohol proporciona los mayores rendimientos, sin embargo, la inactivación enzimática por medio de etanol al 75% a 80°C también resulta en gomas con mayores viscosidades.

En el caso de la pectina, actualmente se procede a una extracción por precipitación en alcohol. Para que este proceso sea eficiente el extracto de pectina,

obtenido del calentamiento (60-100°C) de la piel de la fruta a un pH entre 1,5-3 (Belitz y Grosch, 1997) en agua con ácido mineral, debe concentrarse, por lo que dicho proceso se lleva a cabo en evaporadores al vacío para evitar además la degradación térmica de la pectina. Este extracto puede ser mezclado directamente con un alcohol (isopropanol, etanol, o posiblemente metanol) o puede pasar por una etapa en la que se modifique el grado de esterificación antes de someterle al proceso de precipitación (May, 1997).

Hay autores que proponen el uso de **pretratamientos de calentamiento con microondas** de residuos de fruta para incrementar la extracción de pectina. Así, Camire (1999) observó que un tratamiento de 10 minutos a 2450 MHz y 0,5 kW incrementó los rendimientos de pectina obtenidos de la piel de naranja, limón y extractos de manzana sin afectar a la cantidad de ácido anhidro-urónico o al grado de esterificación. El calentamiento con microondas, seguido o no de un secado por aire caliente, incrementa la fuerza del gel de pectina comparativamente con la pectina extraída directamente de fruta fresca o secada. Estos efectos beneficiosos del pretratamiento con microondas puede estar asociado a la inactivación de enzimas que atacan la pectina y al colapso simultaneo de la estructura celular.

#### **I.1.6. Tratamientos utilizados para mejorar la funcionalidad de las fibras.**

##### **I.1.6.1. Tratamientos con peróxido de hidrógeno en medio alcalino.**

La des-lignificación parcial de las uniones entre la lignina y la celulosa por medio de tratamientos alcalinos con peróxido de hidrógeno da lugar a productos de celulosa con una alta capacidad de retención de agua y, por lo tanto, de hinchamiento o aumento de volumen, lo que es adecuado para su aplicación a productos de panadería (Dreher, 1999). Esto se debe a la capacidad especial del medio acuoso alcalino con peróxido de hidrógeno de disolver la lignina, de disminuir la proporción de celulosa cristalina total y de conservar intactos otros

componentes de la fibra como la hemicelulosa. El porcentaje de solubilización de la lignina normalmente se encuentra entre un 40 y un 60% de la lignina original presente en la fibra, lográndose recuperar la fibra parcialmente des-lignificada por centrifugación, lavado y secado de los sólidos insolubles finales obtenidos.

Este proceso de solubilización produce un material con una mayor capacidad de retención de agua, la cual dependerá de las condiciones en que se haya llevado a cabo el proceso de extracción. Por una parte, la solubilización de la lignina produce una matriz de paredes celulares altamente porosa que permite un incremento en la hidratación de los polisacáridos que están normalmente cubiertos por la lignina. Por otra parte, el tratamiento químico del material puede disminuir la proporción de celulosa cristalina total de forma irreversible, lo que parece afectar el patrón de los enlaces de hidrógeno entre las cadenas, de manera que se forma una estructura con una alta apertura que permite a los grupos hidroxilos libres una mayor accesibilidad a la unión con las moléculas de agua.

En cualquier caso, el aumento de la hidratación interna de este tipo de fibras produce una menor sensación de partículas arenosas con mayor capacidad de interacción de los polisacáridos de la fibra y otros componentes como el almidón o el gluten.

### **I.1.6.2. Modificaciones por medio de extrusión.**

El salvado de trigo suele someterse a un proceso de extrusión a alta temperatura, en el que se aplica un esfuerzo de cizalla alto en un extrusor de contra-rotación con doble tornillo, modificando la estructura del salvado para obtener una mejor molienda posterior. Adicionalmente, este tipo de extrusor permite que el almidón presente de forma natural en el salvado, pueda cubrir el material ligno-celulósico. Después de la molienda, el salvado modificado tiene una apreciación sensorial aceptable, con ausencia de arenosidad, una mayor capacidad

de retención de agua y propiedades de textura que son compatibles con una amplia variedad de productos (Dreher, 1999).

El incremento de la velocidad del tornillo del extrusor incrementa el contenido en fibra soluble y en almidón susceptible de la acción enzimática en el caso de trigo entero y en salvado de trigo. Además, las moléculas ramificadas son más susceptibles al esfuerzo de cizalla durante la extrusión que la celulosa. Así, en la fibra de pulpa de remolacha, el proceso de extrusión produjo un incremento significativo de su solubilidad en agua producido como resultado de la disminución del peso molecular de la pectina y las moléculas de hemicelulosa (Camire, 1999). En el caso de pieles de cítricos, las fibras obtenidas por extrusión parecen tener mayor proporción de fracción soluble, que conlleva un incremento en la viscosidad.

#### **I.1.6.3. Modificaciones enzimáticas.**

Las modificaciones enzimáticas de la fibra dietética pueden mejorar sus propiedades sensoriales por los cambios producidos en la composición química y en las propiedades físicas (Caprez et al., 1987). Los tratamientos enzimáticos conducen a incrementos en el contenido de la fibra soluble. Las fuentes de fibra modificadas enzimáticamente muestran menor capacidad de retención de agua, lo cual puede ser ventajoso con fines tecnológicos. Además, este tipo de fibra tiene una textura más suave, lo cual facilita su uso en la formulación de productos.

#### **I.1.7. Desarrollo de alimentos funcionales por medio de fibras dietéticas.**

En términos generales los alimentos funcionales pueden clasificarse en tres categorías: aquellos demandados para reducir el riesgo de las enfermedades coronarias, cáncer o diabetes, aquellos que tratan de controlar o modular

funciones inmunes y aquellos que ayudan a mejorar o incrementar el humor y el funcionamiento general dando como resultado una mejor calidad de vida (Cho y Jenab, 1999).

De acuerdo al Euromonitor (2004) el aumento en el consumo de alimentos funcionales puede deberse a la convergencia de una serie de factores críticos en los que se destacan:

- La conciencia de un deterioro de la salud personal, inducido por un estilo de vida ocupado con pocas opciones de alimentos cómodos de preparar y ejercicio insuficiente de practicar.
- Un mayor incremento del nivel de información de las autoridades sanitarias y de los medios de comunicación en aspectos relacionados con la nutrición y su relación entre la dieta y la salud, creando consumidores más educados.
- Desarrollos científicos en la investigación en el campo de la nutrición, que han llevado al descubrimiento de ingredientes con efectos beneficios para la salud que pueden ser incorporados en los alimentos.
- Un mercado alimentario competitivo y saturado caracterizado por estrechos márgenes de ganancia, que han creado un imperativo financiero a los productores de alimentos en buscar métodos de diferenciación de sus productos para estimular los márgenes de ganancia cada vez menores.

El desarrollo de los alimentos funcionales se relaciona además fuertemente con el uso de los productos llamados nutraceuticos, que de acuerdo con la Asociación Americana de Nutricionistas son: “...sustancias que pueden considerarse un alimento o parte de un alimento que proporcionan beneficios médicos o para la salud, incluyendo la prevención y el tratamiento de enfermedades” (Cho y Jenab, 1999).

La fibra dietética es uno de estos nutraceuticos, ya que, como se ha mencionado anteriormente, un incremento en su consumo puede prevenir un cierto número de cánceres (Kritchevsky, 1996), particularmente cáncer de colon (Wynder et al., 1992). Ayuda además, a la disminución del colesterol (Anderson, 1995) importante en las enfermedades coronarias, así como a controlar los niveles de glucosa e insulina en sangre de gran importancia en la diabetes (Nuttall, 1993).

Por ello, la necesidad de incrementar el nivel de consumo de la fibra dietética implica el desarrollo, consecuentemente, de productos agradables para el consumidor con fibras o mezcla de fibras con una adecuada textura. Así, de este modo las fibras ya existentes o bien aquellas de nuevo desarrollo se utilizan en una gran variedad de productos funcionales tales como bioyoghurts (oligosacáridos), cereales de desayuno con altos contenidos en fibra (salvado de trigo) y bebidas a base de leche o bebidas carbonatadas enriquecidas con fibra (polidextrosas) (Cho y Jenab, 1999).

Japón es el mayor mercado en el mundo de alimentos funcionales, con ventas por 11.7 billones de US\$ en 2003, seguido de Estados Unidos de América con 10.5 billones de US\$ (Euromonitor, 2004). En el caso de Japón existe un sistema regulador bien definido y un gobierno que ayuda tanto a la investigación en alimentos funcionales como a la difusión de información nutricional al consumidor. Muchos de los productos nutricionales de reciente introducción en el mundo, como bebidas probióticas e isotónicas tienen una larga historia en Japón por lo que son productos de una alta popularidad, dándose de este modo un mercado sólido, con una alta diversidad e innovación.

Algunos ejemplos de productos que utilizan las fibras dietéticas y los oligosacáridos como dos de los ingredientes de mayor aplicación en bebidas de uso

popular en el mercado japonés se encuentra en Fibe Mini de Otsuka Farmacéutica, en productos de carne como en salchichas (Itoham Foods Co.), pasta (Tokyo Tanebe Co.) y en bebidas carbonatadas (Otsuka Farmacéutica, Pokka Corp., Fipro Seiyaku Co.) (Cho y Jenab, 1999).

En el caso del mercado estadounidense, los alimentos funcionales representan cerca de un 3% de las ventas del total de alimentos en su territorio y tiende a aumentar con una proyección del doble en 2008, ya que parece que los consumidores estadounidenses tienden a aceptar el concepto de los alimentos funcionales con una mayor actitud positiva que en algunos de los países Europeos (Euromonitor, 2004).

En el caso de Europa, en países como Finlandia, los productos probióticos, con beneficios para el aparato digestivo, se han extendido en diversas gamas como en yogures, bebidas, panadería, confitería y productos cárnicos. Sin embargo, los países Europeos Mediterráneos, que tiene una dieta considera sana y equilibrada, no tiene las mismas necesidades de adicionar ingredientes funcionales a los alimentos y las bebidas como en países Europeos del norte.

El nivel de ventas de alimentos funcionales en Europa en 2003 se encuentra en los US\$2.8 Bn ( $10^9$ ) en UK y en Alemania, en Francia alcanza los US\$1.8. Bn ( $10^9$ ) y en Italia los US\$1.4 Bn ( $10^9$ ) (Euromonitor, 2004). En el caso de los productos probióticos representaron un 17,9% de las ventas en el mismo año con una previsión por parte del Euromonitor de un incremento a 18,6% en 2008. Este crecimiento puede estar impulsado por el crecimiento internacional provocado por una publicidad agresiva de productos como Yakult y Actimel de Danone. (Euromonitor, 2004).

Algunos ejemplos de productos exitosos presentes en el mercado europeo que contienen fibra como ingrediente activo son, en UK, la Fibra y fruta de Ribena, yogurt de fibra y fruta, bioyogurt GAIO y algunas bebidas de leche. En Francia existen las bebidas llamadas “inteligentes” con altos contenidos en oligosacáridos (Cho y Jenab, 1999) y en España yogures de fibra de trigo y frutas, así como bebidas de leche y fruta (albaricoque, mango, fresa, y kiwi) de la gama de Vitalínea de Danone.

Como muestra la experiencia nipona, la incorporación a la dieta de estos productos funcionales da valor añadido al alimento mediante los beneficios aportados a la salud, a la vez que atraen la atención del consumidor. Este interés del consumidor ha sido el mayor factor de impulso en el desarrollo de los alimentos funcionales en la industria. Por ello, los carbohidratos complejos y la fibra dietética actualmente están posicionados entre los mayores ingredientes funcionales, por lo que el crecimiento de este mercado mostrará un incremento en el desarrollo y uso de productos que los contengan.

Resumiendo lo que se ha detallado en el apartado de objetivos y plan de trabajo, en este capítulo de la Tesis se ha realizado una caracterización de la composición de tres fibras dietéticas de diferente procedencia, con el fin de relacionarla con su papel en el comportamiento reológico de disoluciones modelo a las que se añadieron en diferente proporción.







## **I.2. MATERIALES Y MÉTODOS**

### **I.2.1. Materias Primas.**

Se utilizaron tres fibras diferentes, de limón, de naranja y de manzana, donadas por empresas distribuidoras españolas que suministran este tipo de ingredientes a la industria alimentaria y que se describen a continuación de acuerdo a la ficha técnica aportada por cada una de ellas. No obstante, a pesar de los datos de estas fichas, se realizó una caracterización de la humedad, sólidos solubles e insolubles, la capacidad de retención de agua y una observación microscópica de las mismas tal y como se describe a partir del punto I.2.2.

#### **Fibra de Limón.**

Esta fibra con nombre comercial Herbacel AQ Plus Citrus Fiber, de la empresa Herbstreith&FoxKG y distribuida por H&F España desde Barcelona se extrae de la piel del limón con sabor y olor final neutra después de la extracción. Tiene un contenido de fibra dietética del 88-93%, del cual el 17-25 % es soluble, carbohidratos disponibles un máximo de 0,5%, cenizas entre 2,5 y 4,0% y una humedad máxima del 10%. El tamaño de partícula (90%) < 250 µm. El color según la componente de luminosidad (L) es de  $91 \pm 1,5$  y posee una alta capacidad de retención de agua (CRA) de  $21 \pm 4$  g agua/g ss.

#### **Fibra de Naranja.**

Esta fibra, con nombre comercial Vitalcel Orange Fiber OF400, de la empresa Campi y Jové, S.A., ubicada en Barcelona, se obtiene por medio de un proceso de extracción de la piel de la naranja cuidadosamente secada y con componentes de la pulpa, con sabor y olor final típico de naranja ligeramente amargo. El contenido en

fibra dietética es de un 60%, del cual un 28% es soluble y de este un 18,6% es pectina. El contenido en carbohidratos disponibles es de un 23,7%, proteína un 6,2%, grasa un 0,6%, cenizas un máximo de 3,8% y humedad máxima un 10%. El tamaño de partícula, de acuerdo a un análisis granulométrico (DIN 53734) del 70% > 150  $\mu\text{m}$  y del 95% > 32  $\mu\text{m}$ , con una apariencia de polvo amarillo y una CRA de 8.5 g agua/g ss.

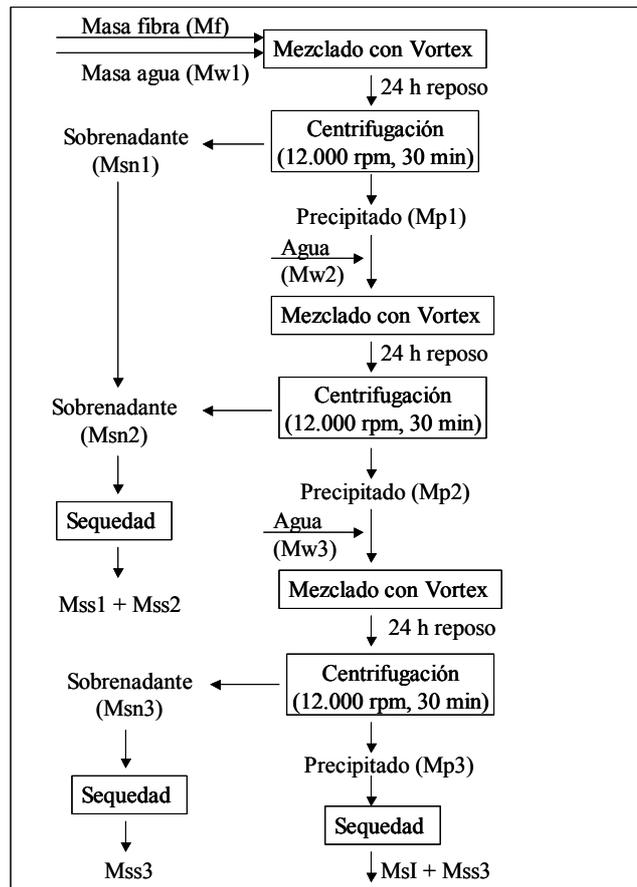
### **Fibra de Manzana.**

Este tipo de fibra con nombre comercial Manzana Sulfurada de baja humedad con Ref6460, de la empresa Altaquímica ubicada en Barcelona se obtiene de la fruta pelada, troceada y molida como polvo debidamente secado a una humedad máxima de 5%, con un sabor típico a manzana y con un color amarillento. El contenido en sulfuro nunca excede los niveles legales de 1.500 ppm. Las especificaciones técnicas de esta fibra no indicaban ningún dato más de la misma.

#### **I.2.2. Análisis del contenido en sólidos solubles e insolubles.**

Para llevar a cabo esta determinación, se prepararon dispersiones de cada una de las fibras en agua a una concentración del 6% en el caso de la de limón y manzana y un 3% en el caso de la naranja. Una vez pesada una cantidad exacta de la fibra (Mf) ésta fue sometida al proceso de separación de sólidos solubles e insolubles, esquematizado en la **Figura 1.4**. El procedimiento básico consta del mezclado de la fibra con el peso de agua necesario (Mw1) por medio de un agitador de tubos Vortex que permite dispersar la fibra en el agua. Posteriormente, al cabo de 24 h de reposo, tiempo necesario para propiciar el paso de la fibra soluble a la fase acuosa, se procedió a centrifugar la muestra a 12.000 rpm durante 30 min para separar por decantación el sobrenadante (Msn1) que contiene a los sólidos solubles a una cápsula que fue sometida a un proceso de secado posterior.

La centrífuga utilizada fue una Medifriger BL 7001085 con un cabezal 7001082 con capacidad para 6 tubos de 30 mL y una velocidad máxima de 15.000 rpm.



**Figura 1.4. Esquema del procedimiento utilizado para determinar el contenido en sólidos solubles e insolubles en los diferentes tipos de fibra utilizados.**

Este proceso de centrifugación se repitió dos veces más, añadiendo a la masa de precipitado de fibra (Mp1) que permanece en el tubo de ensayo de la centrífuga una nueva cantidad de agua conocida (Mw2 y Mw3) y separando, después de la centrifugación, los sobrenadantes correspondientes (Msn2 y Msn3) del precipitado (Mp2 y Mp3). En el precipitado final obtenido se encontrarán los sólidos

insolubles de la fibra analizada, aunque también pueden quedar alguna cantidad de sólidos solubles.

En los dos primeros procesos de extracción de sólidos solubles las masas de ambos sobrenadantes (Msn1+ Msn2), se juntaron en una cápsula para ser sometidas a un secado con aire caliente a 60°C durante 72 h, con el fin de determinar por diferencia de peso, la cantidad de sólidos solubles de cada fibra. No obstante, por si quedó alguna pequeña fracción de sólidos solubles sin extraer en el precipitado, el sobrenadante de la tercera extracción (Msn3) se sometió por separado, a un secado en las mismas condiciones que los otros. Los sólidos solubles cuantificados en este caso (Mss3) serán los mismos que pueden estar presentes en la fase acuosa que permanece en la masa de precipitado (Mp3). El precipitado Mp3, fue sometido a un secado por aire caliente inicialmente a 60°C por 48 h y posteriormente a vacío a 60°C hasta peso constante. La masa seca proveniente de Mp3 corresponderá al contenido en sólidos insolubles y los solubles determinados a partir del Msn3. Este procedimiento permitió, pues, determinar los sólidos solubles (Mss1+Mss2 + Mss3) e insolubles (Msl) de cada fibra.

### **I.2.3. Contenido de humedad de las fibras estudiadas.**

La humedad de las fibras se determinó de acuerdo a metodología estándar AOAC 20.013 (AOAC, 1980) pesando aproximadamente de 3 a 5 g de muestra de fibra mezclada con una cantidad proporcional de arena seca. El proceso de secado se llevó a cabo por medio de una estufa a vacío (0,8 bar =  $1,0658 \cdot 10^{-2}$  mmHg) modelo VACIOTEM a 60°C hasta obtener peso constante.

### **I.2.4. Análisis de la pectina total (PT) y de la pectina hidrosoluble (PHS).**

El análisis del contenido de pectina total (PT) se realizó mediante la cuantificación del ácido galacturónico (AGU) en muestras hidrolizadas en medio

ácido con una posterior cuantificación utilizando el método espectrofotométrico cuantitativo de ácidos urónicos propuesto por Kinter y Van Buren (1982). Éste se basa en la reacción del AGU con el reactivo cromóforo m-hidroxidifenil, que produce un compuesto coloreado con un máximo de absorbancia en la longitud de onda correspondiente a 520 nm. Este método tiene la ventaja de la sensibilidad y especificidad respecto de los ácidos urónicos en relación con los azúcares solubles y de estabilidad del color formado con el tiempo (Carbonell et al., 1990). La fracción hidrosoluble (PHS) se determinó a partir de la cuantificación de AGU presente en el extracto acuoso del aislado de fibra seco.

#### **I.2.4.1 Tratamiento de la muestra para obtener los extractos de PHS y PT**

La metodología para el análisis de las fracciones pécticas siguió el procedimiento descrito por Yu et al., (1996) para obtener la fracción de pectina hidrosoluble y la pectina total presente en las muestras de fibra comercial. Este análisis se le hizo también a una pectina, que se utilizó para la formulación de algunas disoluciones modelo. Esta pectina fue suministrada por Guinama y la Referencia 55638 29/01/02 Lote 010.

La muestra (2,5g) de fibra comercial o de pectina, se sometió a un tratamiento previo de extracción con etanol caliente (20 mL) para inactivar enzimas endógenas en caso de que éstas aún estén activas y eliminar los sólidos solubles en alcohol como los azúcares. La mezcla se sometió a ebullición (10 min), centrifugación (10 min a 10.000 rpm) y filtración, repitiendo el proceso de lavado del residuo sólido con etanol tres veces más se obtuvo un extracto con los sólidos insolubles en alcohol (SIA), el cual fue secado durante 24 h en un horno convencional a 60°C. Estos SIA corresponden a la fracción del tejido vegetal presente en las fibras que contienen polisacáridos estructurales.

Una parte de los SIA (80 mg) se dispersaron en agua (20 mL) por medio de un Vortex, posteriormente se centrifugaron (10 min a 10.000 rpm) y se filtraron, recolectando el sobrenadante en un balón aforado de 100 mL. Este procedimiento permitió obtener la PHS. El proceso de lavado y recolección de sobrenadantes se repitió 3 veces más y posteriormente se diluyó al volumen final.

Por otra parte, la PT fue extraída a partir de los SIA pesando una muestra de 5 mg en un vaso de precipitados de 30 mL a los que se les añadieron 2 mL de ácido sulfúrico concentrado con agitación suave y continua. Se añadieron 0,5 mL de agua destilada gota a gota, y después de 5 min más de agitación se añadieron otros 0,5 mL de agua destilada gota a gota. La agitación se continuó durante 30 min para completar la hidrólisis ácida de los polisacáridos presentes en la muestra. Una vez hidrolizada la muestra, ésta fue filtrada sobre fibra de vidrio, cuyos residuos y lavados posteriores fueron recolectados en un balón aforado de 25 mL, con una posterior dilución al volumen final. Todas las extracciones se realizaron por triplicado.

Los extractos de PHS y los de la PT se conservaron a 6°C durante 24 horas previas a la determinación analítica del AGU, y fueron filtrados de nuevo antes de realizar las determinaciones.

### **I.2.4.2. Determinación de AGU en los extractos de PHS y PT.**

De cada extracto de PHS y de PT se extrajeron dos muestras de 400  $\mu$ L con micropipeta a un tubo de ensayo, siendo una de ellas el blanco. A cada tubo, muestras y blancos, se le adicionó 2400  $\mu$ L de solución de ácido sulfúrico/tetraborato (0,0125 M tetraborato de sodio en ácido sulfúrico concentrado) en un baño con hielo y se mezcló cuidadosamente usando un vortex a velocidad moderada con paradas intermitentes para asegurar la mezcla completa.

Posteriormente los tubos se calentaron en un baño hirviendo por 5 min e inmediatamente se colocaron en agua con hielo para enfriarlos. A los tubos correspondientes a la muestra se les añadió 40  $\mu\text{L}$  de 0,15 % m-hidroxidiphenil (preparado en 0,5% NaOH), mientras que los tubos correspondientes a los blancos se les añadió 40  $\mu\text{L}$  de 0,5% de NaOH. Se realizó el mezclado con un vortex, se les aplicó 1 min de ultrasonidos para eliminar las burbujas y se mantuvieron posteriormente en reposo a temperatura ambiente durante 15 min antes de llevar a cabo la lectura final de absorbancia a 520 nm. Cada determinación se realizó por duplicado.

#### **I.2.4.3. Curva de calibración para la determinación del AGU.**

La curva de calibración se elaboró a partir de una disolución patrón de 1000  $\mu\text{L}/\text{mL}$  a partir de la cual se prepararon los diferentes patrones de 10, 20, 30, 40, 50, 60 y 70  $\mu\text{L}/\text{mL}$ . La determinación analítica del AGU de cada patrón siguió el mismo tratamiento descrito en la sección I.2.4.2., de manera que a partir de una alícuota de 400  $\mu\text{L}$  de cada patrón se adicionaron 2400  $\mu\text{L}$  de solución de ácido sulfúrico/tetraborato y 40  $\mu\text{L}$  de 0,15 % de m-hidroxidiphenil. La representación de los datos de absorbancia (Abs) frente a concentración (Cn) permitieron obtener la recta de calibrado (Ec. 2.1) con un  $R^2$  de 0,9981 y un Error Típico de 0,013:

$$\text{Abs} = 0,0110 \pm 0,0002 \text{ Cn} \quad (\text{Ec. 2.1.})$$

#### **I.2.5. Determinación de la capacidad de retención de agua (CRA).**

La CRA se determinó de forma similar a la metodología descrita por Mongeau y Brassard (1982) aplicada en cereales y salvado de trigo. A la muestra (0,8-1,0 g) de fibra pesada en un tubo de centrífuga de 30 mL se le añadieron aproximadamente 20 mL de agua. Luego se mezcló la muestra con un agitador

Vortex durante 2 min para hidratar toda la muestra. Seguidamente se procedió a calentar la muestra a 37°C en un baño con agua colocando una varilla de vidrio en el interior del tubo para mejorar el mezclado que se continuó durante 1 h a 37°C con una agitación constante de 200 rpm en un incubador con agitación orbital modelo C25 serie clásica de la marca New Brunswick Scientific. Una vez mezclada la muestra, ésta fue centrifugada a 12750 rpm a 10°C durante 1 h utilizando el mismo equipo descrito en el apartado 2.2.2. El tubo fue decantado durante 15 min y el sobrenadante recogido fue filtrado con vacío, recolectando los residuos de fibra recogidos en el papel de filtro. Los residuos de fibra se colocaron de nuevo en el tubo original y el líquido sobrenadante fue descartado. La fibra húmeda fue pesada y secada a 60°C hasta peso constante para determinar la cantidad de agua retenida por la fibra seca. La CRA fue expresada como g agua/g fibra seca.

#### **I.2.6. Observación microscópica de las preparaciones utilizando tinciones con azul de toluidina.**

Para la observación microscópica se prepararon suspensiones de fibras de limón, naranja y manzana en disolución de sacarosa de 45°Brix y a las concentraciones de 3,0 ; 5,5 y 8% respectivamente, que fueron preparadas según se describe en el apartado II.2.1.1 (fibra de limón) II.2.1.2 (fibras de naranja y manzana) del Capítulo II. Además la fibra de limón se observó también en seco e hidratada. Para la observación se prepararon tinciones con azul de toluidina al 0,1 % acuoso. Para la observación en seco e hidratada, se colocaron 2-3 mg de fibra en el porta. En el caso de la hidratada se añadió 1 gota de agua y se dejó durante 1 min. En el caso de las suspensiones, se colocó una gota de la suspensión sobre el porta. Se añadió 1 gota de solución de azul de toluidina al 0,1 % esperando 1 minuto para teñir los tres tipos de muestra. Una vez teñidas las muestras, estas se

observaron en un microscopio óptico de la marca Leica modelo DMLM utilizando los aumentos de 10x y 20x.







### I.3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

#### I.3.1. Evaluación de las características físico-químicas (humedad, sólidos insolubles, sólidos solubles, capacidad de retención de agua, pectina total, pectina hidrosoluble) de las fibras de limón, naranja y manzana.

En la **Tabla 1.4** se presentan los valores obtenidos para los tres tipos de fibra analizados de contenido de humedad, los sólidos insolubles y los solubles, así como la PT y PHS. La fibra de limón y naranja poseen una humedad baja cercana al 6%, mientras que la fibra de manzana tiene una humedad mucho menor entorno al 3%. Esto puede incidir en la estabilidad de la fibra de manzana, siendo ésta más sensible en cuanto a ganancia de humedad y por tanto más delicada para el almacenamiento.

**Tabla 1.4** Contenido de humedad (Xw), pectina total (PT), pectina hidrosoluble (PHS), sólidos insolubles (SI) y solubles (SS) en las fibras analizadas y en la pectina.

Tipo fibra	Xw (g agua/ 100g fibra)		PT (g AGU/ 100g fibra seca)		PHS (g AGU/ 100g fibra seca)		% PHS (g PHS/ 100g PT)	SI (g SI/100 g fibra seca)		SS (g ss/100 g fibra seca)	
	Media	DE	Media	DE	Media	DE	Media	Media	DE	Media	DE
Limón	6,12	0,08	21,1	1,4	4,9	0,2	23,3	90,7	0,6	11,6	1,1
Naranja	5,71	0,04	26,3	1,6	2,79	0,08	10,6	77,6	1,0	24,7	0,7
Manzana	2,797	0,014	1,37	0,16	0,54	0,03	39,3	13,1	1,2	88,8	1,8
Pectina	8,05	0,02	35	7	34	2	96,2	S.D.		S.D.	

S.D.: sin determinar

En relación con el análisis de los sólidos solubles e insolubles, los resultados que se muestran en la **Tabla 1.4**. ponen de manifiesto la validez de la metodología utilizada para su determinación, pues se obtiene una suma de ambos muy próxima

al 100 % cuando se expresan en base seca. Es de destacar el alto valor de sólidos insolubles de las fibras de limón y naranja, de 90,7 y 77,57 g insolubles/100g fibra seca, respectivamente. En cambio, la fibra de manzana tan solo llega a tener 13,06 g insolubles/100g de fibra seca. Esta diferente composición puede estar relacionada en el hecho de que las fibras de limón y naranja provenientes de un proceso de extracción de la piel, mientras que la de manzana se obtiene de la fruta pelada, según se indica en la especificación técnica que acompañan a cada tipo de fibra (apartado **I.2.1** de este capítulo). De acuerdo a la consideración de Shneeman (1987) en la que el 70-50% de la fibra insoluble frente a un 30-50% de soluble puede considerarse como una fibra balanceada puede afirmarse que la fibra de naranja tiene un buen equilibrio mientras que la de limón tiene mayor proporción de insolubles y la de manzana menor. No obstante, por otra parte, es de esperar que una mayor proporción de sólidos insolubles se corresponda con una mayor viscosidad en las suspensiones que se preparen, debido al rozamiento entre las partículas dispersas que dificultarán el flujo del sistema.

Los sólidos insolubles en agua presentes en las muestras de fibra pueden relacionarse con restos de pared celular y componentes importantes presentes en este tejido, especialmente hemicelulosa no soluble y lignina, aunque con también la parte de pectina no soluble. Las interrelaciones que estos componentes puedan llegar a establecer entre sus diferentes estructuras determinarán su capacidad de interaccionar con el medio acuoso y, por lo tanto, sus propiedades funcionales. Éstas dependerán del proceso productivo de extracción y de las modificaciones a las que puedan haber sido sometidas. En el caso de la manzana por ejemplo, los desarrollos tecnológicos destinados a obtener un mayor rendimiento en la producción de jugos por medio de la acción enzimática, pueden tener un efecto negativo reduciendo el aprovechamiento de la pulpa de manzana como materia prima para la obtención de fibra y disminuyendo la proporción de sólidos insolubles de la misma (Will et al., 2000). El uso o aplicación de estas técnicas

enzimáticas puede ser la responsable del alto contenido en sólidos solubles, cercanos a 89 g de solubles por cada 100 g de fibra seca, que se ha encontrado en la fibra de manzana.

Por otra parte, en el caso de la fibra de limón los valores analizados fueron similares a los presentados por Vollendorf y Marlett (1993), que llevaron a cabo análisis de fibra soluble e insoluble, incluyendo en la fracción insoluble a la hemicelulosa, la celulosa, la pectina correspondiente y la lignina. Estos autores cuantificaron 26,3 g fibra soluble/100 g fibra seca, que incluye una pequeña parte de hemicelulosa y pectina, y 73,7 g fibra insoluble/100 g fibra seca, lo que supone una proporción un poco mayor de solubles que la correspondiente a la fibra de limón analizada en este trabajo. No obstante, en este caso hay que tener en cuenta que la determinación de fibra llevada a cabo por Vollendorf y Marlett (1993) fue eliminando las partes no comestibles de la fruta y utilizando medios enzimáticos para la determinación de cada fracción, mientras que en nuestro caso de trabajó con un concentrado de fibra obtenida de la piel del limón.

En el caso de la naranja las fracciones solubles e insolubles de la fibra presentan variaciones con las encontradas en la literatura. Los valores presentados por Dreher (1999) y por Mongeau et al. (1989) son de un 61,7% de fibra soluble y 38,1% de fibra insoluble, sin embargo, Lintas y Cappelloni (1992) obtuvieron solamente 37,5% de fibra soluble y un 62,5% de fibra insoluble. En todos los casos los valores mencionados corresponden a la parte comestible de la fruta. En los trabajos en los que se ha cuantificado la fibra trabajando con piel de naranja, se han encontrado valores de 66,04% de insolubles frente a 33,88% de solubles (Gorinstein et al., 2001) y de 65,8% de insolubles y 34,1% de fibra soluble respecto al contenido total de fibra (Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso 1999). Estos valores son más similares a los encontrados en la fibra de naranja utilizada en este estudio.

En el caso de la manzana se han encontrado en la bibliografía valores de porción de fibra insoluble de un 80% (Lintas y Cappelloni, 1992), 89% (Dreher, 1999) ó 63,2%. No obstante, estos valores se refieren a manzana fresca, a la cual no se le ha aplicado ningún proceso de extracción, ni un proceso posterior de secado que indudablemente pueden provocar cambios estructurales en la fibra que son los que pueden justificar la composición tan diferente encontrada para nuestra fibra de manzana.

La pectina es uno de los componentes más importantes de las fibras procedentes de frutas, con un papel tecnológico importante en la funcionalidad de las mismas en su uso posterior fundamentalmente en lo que se refiere a su poder espesante. Por este motivo se llevó a cabo el análisis específico de la pectina presente en las diferentes muestras analizando tanto la pectina total como la soluble en agua. El resultado de este análisis se presenta en la **Tabla 1.4**.

En cuanto al contenido de PT destacan las fibras de limón y naranja con valores de 21,12 y 26,27 % de AGU, respectivamente. La utilización del AGU para la cuantificación de la pectina total tiene su justificación en que éste es el componente mayoritario de la fracción péctica de la mayoría de frutas. Así, Voragen et al., (1983) citan una presencia de AGU del orden de un 75 % de los azúcares totales presentes en frutas como la fresa, la papaya, el mango y la manzana. De acuerdo a lo anterior debe tomarse en consideración que la PT cuantificada a partir del AGU será inferior a la realmente presente en las muestras de las fibras de limón, naranja y manzana. Por su parte, la fibra de manzana tiene un menor contenido de PT de un 1,37 % de AGU el cual es mucho menor que las fibras de limón y naranja. En cuanto a la solubilidad en agua de la pectina total analizada en cada fibra, se puede observar que ésta fue mayor en el caso de la manzana (39%) seguida del limón (23%) y naranja (11%). Por otra parte, el análisis realizado a la pectina comercial reflejó un contenido de AGU tan solo de

35 g/ 100g muestra seca siendo prácticamente en su totalidad (96,2%) soluble en agua.

Los datos mostrados en la **Tabla 1.4.** permiten calcular el porcentaje de pectina soluble y no soluble en agua presente en la fracción analizada de sólidos solubles e insolubles, respectivamente. En este sentido, mientras que la PHS representó un 42, 11 y 0,6 % de la fracción de sólidos solubles de las fibras de limón, naranja y manzana, respectivamente, la pectina no soluble en agua constituyó un 18, 31 y 6 % de la fracción de sólidos insolubles. En este sentido, se observa que la pectina es uno de los componentes mayoritarios de los sólidos solubles de la fibra de limón y de los insolubles de la de naranja. Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso (1999b) obtuvieron valores medios de tres variedades de naranja según los cuales el 80,1 % de la fibra soluble y el 26,2 % de la fibra insoluble corresponden a pectina. La diferente proporción de pectina presente en cada fracción respecto a la analizada en este trabajo puede estar relacionada con el proceso industrial de extracción utilizado en cada caso. En relación a esto, es de esperar que la mayor proporción de pectina soluble de la fibra de limón contribuya a una mayor viscosidad de las suspensiones preparadas a partir de ella, al ser éste un componente con un marcado carácter espesante.

Los resultados de la CRA pueden ser un buen reflejo de la composición y del estado estructural de los componentes no solubles de las fibras puesto que, en todos los casos, los diferentes procesos de extracción modifican las estructuras terciarias y, por consiguiente, el volumen hidrodinámico donde se incorporará el agua a la estructura durante la hidratación. En este caso la CRA de la fibra de manzana, fue de 3,19 g agua/ g fibra seca, la de naranja 5,64 g agua/ g fibra seca (valor similar al reflejado en las especificaciones técnicas e indicado en el apartado I.2.1) y la de limón 14,5g agua/ g fibra seca. Los valores de las tres fibras respecto a su CRA están relacionados con el contenido de sólidos insolubles mostrado en la Tabla 1.4

anteriormente comentada, en el sentido de que cuanto mayor es la proporción de sólidos insolubles, mayor es la capacidad de retención de agua de la fibra. No obstante, esto es lógico si se tiene en cuenta que la metodología llevada a cabo para la determinación de esta propiedad solo tiene en cuenta la cuantificación del agua retenida en el precipitado obtenido del sobrenadante recogido después de un proceso de hidratación, centrifugación y filtrado de las muestras.

Para comparar la CRA de las fibras con las que se trabajó en este estudio con otros valores encontrados en la bibliografía se puede citar la CRA de fibra de manzana obtenida por Adams et al. (1986) que fue de 11,7 g agua/g fibra, la que citan Grigelmo-Miguel y Martí-Belloso (1999b), de 6,3 g agua/ g fibra o la de Figuerola et al. (2005) en fibra de manzana que fue todavía inferiores, entre 1,62 y 1,87 g agua/g sólidos secos. Esta variabilidad en los resultados de nuevo, podría estar relacionada con diferentes procesos de extracción de la fibra aplicados a la fruta, que pueden provocar modificaciones estructurales que supongan un diferente grado de interacción y unión de los sólidos presentes con el agua.

Por su parte, para la fibra de naranja y de limón se han encontrado valores de CRA de 2,26 g agua/g sólido seco (Figuerola et al., 2005), 9,20 g agua/g fibra (Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso, 1999b), y 12,4 g agua/ g fibra (Larrauri et al., 1996).

### **I.3.2 Observaciones mediante el uso de microscopio óptico de los diferentes tipos de fibra estudiadas.**

El azul de toluidina posee propiedades metacromáticas que pueden ser útiles en la identificación de diversos componentes de los alimentos con grupos aniónicos. La identificación con este colorante se basa en el hecho de que los distintos constituyentes de los alimentos poseen diferentes capacidades para fijar el colorante, lo que implica distintos modos de alineación de las moléculas de azul de

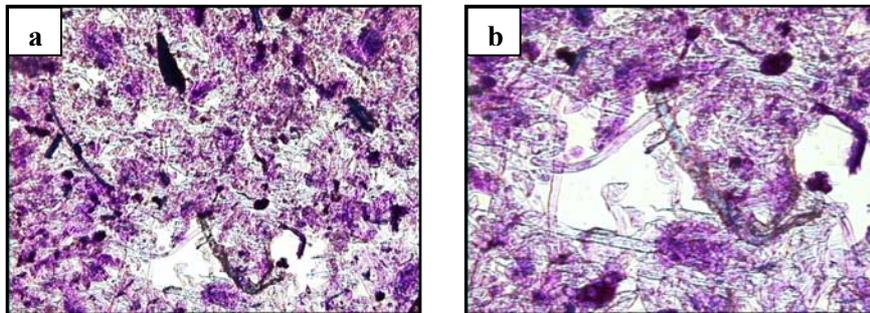
toluidina ligadas. Cuando los grupos aniónicos ionizados se encuentran muy próximos (0,45 nanómetros o menos), las moléculas de colorante se alinean dando lugar a la formación de polímeros de diferentes colores rojos (magenta) que contrastan con el azul del monómero no ligado. La accesibilidad también juega un papel importante y explica el por qué algunos constituyentes se colorean de turquesa o azul-verdoso como por ejemplo la elastina y las estructuras vegetales lignificadas, mientras que, por ejemplo, las gomas que no contienen almidón se tiñen de colores rosa, púrpura o magenta (Flint, 1996).

Los efectos del teñido con azul de toluidina acuoso pueden explicarse en función de las propiedades físicas y químicas de los componentes moleculares presentes en los alimentos. En el caso del grupo de las gomas o hidrocoloides derivados de fuentes naturales, que son moléculas de elevado peso molecular entre los que pueden incluirse la pectina de las frutas, la carboximetil celulosa (CMC) de las fibras de celulosa, las gomas de semillas (guar y garrofín), las gomas de exudados (acacia, ghatti, karaya y tragacanto), extractos de algas (agar, carragenano, musgo irlandés y alginatos), el polisacárido microbiano goma de xantano y almidones pregelatinizados (Flint, 1996), el diferente comportamiento en cuanto a la interacción con el agua afecta a la velocidad de hidratación de las mismas cuando su estado es sólido. En las gomas que han sido hidratadas, la fijación por parte de los grupos ácidos presentes del colorante metacromático básico azul de toluidina se efectuará de acuerdo a las propiedades de cada goma dando como resultado diferentes tonos de azul, púrpura, y rosa, según la densidad de las moléculas de colorante fijadas.

### **I.3.2.1 Fibra de limón en seco.**

En el caso de la tinción de la fibra de limón en seco, hidratada antes de la observación microscópica tal y como se ha descrito en el **apartado I.2.6.** de material y métodos, se obtuvieron fotos como las que se observan en la Figura 1.5.

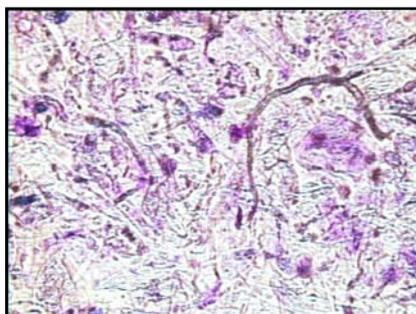
En ellas se aprecia una cantidad importante de partículas de pequeño tamaño y forma globular teñidas de magenta o de púrpura oscuro, mezcladas con estructuras fibrosas alargadas que en unos casos presentan tinción y en otros solamente su pared se ha teñido producto probablemente de la pérdida del material celular interno. Según lo que aparece descrito en bibliografía, las primeras podrían corresponderse con restos de pectina y las segundas con restos de celulosa y lignina (Flint, 1994).



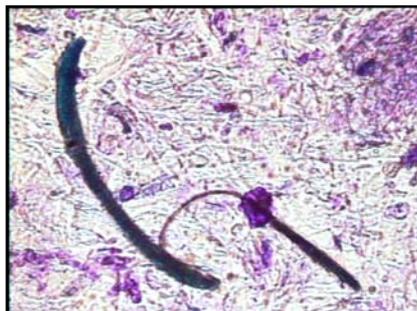
**Figura 1.5. Fibra de limón seco, hidratada y teñida observada a 10x (a) y 20x (b).**

#### **I.3.2.2. Preparación de fibra de limón al 3 % en disolución de agua y sacarosa.**

En el caso de las preparaciones de fibra de limón en disolución de agua y sacarosa (**Figuras 1.6 y 1.7**) se observa una disminución importante del número de partículas con forma globular, que podría corresponderse con la disolución en el agua de la pectina soluble que forma parte de esta fibra. Las partículas que permanecen con esta forma serían de pectina no soluble, mientras que las estructuras fibrosas responderían a la presencia de celulosa y hemicelulosa también insoluble.



**Figura 1.6.** Preparación de fibra de limón al 3% en disolución de sacarosa de 45°Brix observada a 10x.

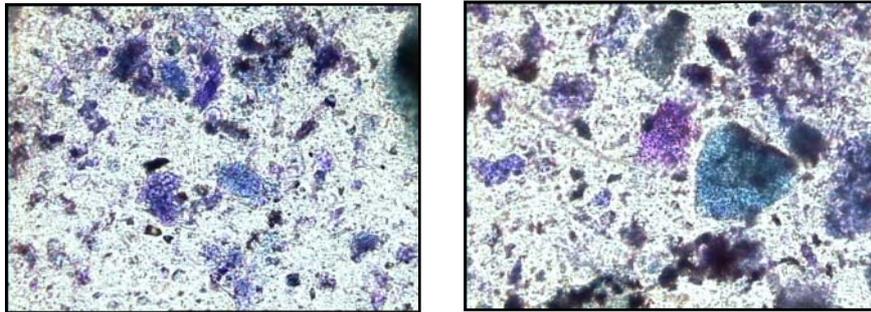


**Figura 1.7.** Preparación de fibra de limón al 3% en disolución de sacarosa de 45°Brix observada a 20x.

### **I.3.2.3. Preparación de fibra de naranja a una concentración del 5,5% con un 2% de pectina.**

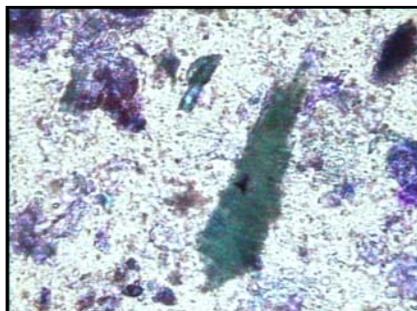
En cuanto a las tinciones de la preparación de fibra de naranja, puede observarse en la **Figura 1.8** la presencia mayoritaria de partículas globulares, con coloración azulada, con mucha menor presencia de estructuras fibrosas que en el caso de la fibra, de limón. Estas partículas globulares aparecen también en mayor cantidad aunque de menor tamaño que en el caso de la fibra de limón, si bien es

cierto que en este caso se trata de una disolución con mayor concentración de fibra. Estas estructuras podrían corresponderse con pectina no hidrosoluble, presente en esta fibra en mayor proporción que en el caso de la de limón. Es de destacar la agrupación de células globulares que se observan en este caso.



**Figura 1.8** Preparación de fibra de naranja al 5,5 % en disolución de sacarosa de 45°Brix con un 2% de pectina observada a un aumento de 10x.

En la **Figura 1.9** se observa una célula fibrosa diferente a las partículas anteriormente mencionadas y que presenta una coloración intensa verdosa oscura que podría ser propia de celulosa con restos de lignina. Así este caso también existen estructuras celulares alargadas como en las preparaciones de limón pero con diferentes características y en menor proporción.



**Figura 1.9 Preparación de fibra de naranja al 5,5 % en disolución de sacarosa de 45°Brix con un 2% de pectina observada a un aumento de 20x.**

#### **I.3.2.4. Preparación de fibra de manzana a una concentración del 8 % con un 2% de pectina.**

En cuanto a las preparaciones con azul de toluidina en muestras de fibra de manzana se puede observar en las **Figuras 1.10 a 1.12** una densidad de partículas mucho menor que en caso de las muestras de fibra de limón y naranja. Esto está en coherencia con el mucho mayor porcentaje de sólidos solubles cuantificado en esta fibra (**Tabla 1.4**). Por su parte, las estructuras que se observan con una coloración azulada muy tenue y bastante transparentes parecen corresponderse con restos de paredes celulares (**Fig. 1.11**). Estas estructuras son de un tamaño mucho mayor que el de las partículas observadas en las fibras de limón y naranja.

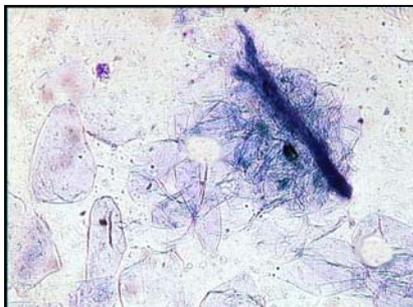


**Figura 1.10** Preparación de fibra de manzana al 8 % en disolución de sacarosa de 45°Brix con un 2% de pectina observada con un aumento de 10x.

En la **Figura 1.12** se observa una estructura fibrosa alargada con una fuerte tinción azulada alrededor de la cual se organizan un grupo de restos de paredes celulares que también tienen esta coloración azul. Estas estructuras fibrosas aparecieron en mucha menor proporción que en el caso de la fibra de limón.



**Figura 1.11** Preparación de fibra de manzana al 8 % en disolución de sacarosa de 45°Brix con un 2% de pectina observada con un aumento de 10x.



**Figura 1.12 Preparación de fibra de manzana al 8 % en disolución de sacarosa de 45°Brix con un 2% de pectina observada con un aumento de 10x.**

En resumen, la morfología molecular de las fibras estudiadas parece poner de manifiesto la presencia mayoritaria de restos de celulosa y lignina en los sólidos insolubles de la fibra de limón, junto con pectina, mientras que éste último sería el componente mayoritario de la fibra de naranja. Por otra parte, la fibra de manzana muestra la presencia de unas estructuras celulares muy diferentes, de tamaño mayor y forma más hexagonal.

Como consecuencia de los resultados obtenidos en este capítulo, es presumible que las suspensiones preparadas a partir de estas tres fibras muestren un comportamiento reológico diferente, dada la diferente proporción y composición de sólidos solubles e insolubles en cada una de ellas.







#### **I.4. CONCLUSIONES.**

1. La fibra de manzana contiene una proporción de sólidos solubles mucho mayor que la de naranja y ésta mayor que la de limón, lo que parece estar inversamente relacionado con la capacidad de retención de agua de cada una de ellas.
2. La proporción de pectina en las fibras estudiadas es similar para naranja y limón y muy inferior en el caso de la manzana. No obstante, cuanto mayor es la cantidad de pectina presente, menor es la proporción soluble de la misma.
3. La pectina hidrosoluble es uno de los componentes mayoritarios de los sólidos solubles de la fibra de limón pero muy minoritario de los de la fibra de manzana. De igual forma, la pectina no soluble en agua supone un 31% de los sólidos insolubles de la fibra de naranja, un 18% de los de la de limón y un 6% de los de la de manzana.
4. Las observaciones microscópicas de disoluciones de esta fibra pone de manifiesto la presencia de restos celulares muy diferentes, relacionadas con la diferente composición en sólidos insolubles de las mismas. Así, en la fibra de limón se observa una importante proporción de estructuras alargadas y algunas partículas globulares. La fibra de naranja muestra muy pocas partículas alargadas y bastantes globulares, que tienden a formar agregados entre ellas. Por su parte, la fibra de manzana contiene una estructura muy diferente, con escasa presencia de partículas fibrosas y en la que las estructuras presentes se corresponden con partículas hexagonales de gran tamaño y restos de paredes celulares.



## Capítulo II

---



## **CAPÍTULO II. CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LAS SUSPENSIONES DE FIBRA DE FRUTA**

### **II.1. INTRODUCCIÓN**

#### **II.1.1 Caracterización del comportamiento reológico de los alimentos**

La reología es la Ciencia que estudia la relación existente entre el esfuerzo (o fuerza por unidad de superficie) aplicado a un determinado producto y la deformación producida. El conocimiento de las propiedades reológicas de una gran cantidad de alimentos son necesarias para diversos propósitos incluyendo el control de calidad, desarrollo de productos, evaluación sensorial, diseño/optimización y estandarización de procesos y optimización de los saltos de escala desde el lugar de diseño de los productos hasta la línea de producción en planta (Baby et al., 2002). Por ejemplo, en plantas de procesado de naranja con una posterior concentración existen una serie de etapas unitarias que dependen de la viscosidad. Así, en la evaporación, las ecuaciones de transferencia de calor contienen un término asociado a la viscosidad. Además, si la viscosidad excede de un valor límite, la concentración del producto que sale debe reducirse para evitar que se quemé en el interior del evaporador, produciéndose pérdidas de energía y producto. En la etapa de enfriamiento, generalmente en intercambiadores de calor, la viscosidad se incrementa drásticamente en función de la temperatura final, afectando negativamente a la extracción de calor, consumo de energía y el funcionamiento de la operación. La eficiencia de las bombas necesarias para la circulación del concentrado por la instalación puede también ser optimizada gracias a medidas de viscosidad (Crandall y Carter, 1982). Por lo tanto, el diseño del proceso térmico requiere información precisa del comportamiento del fluido para optimizar las condiciones de proceso que aseguren y mejoren su calidad.

## Capítulo II.

---

El comportamiento reológico de los alimentos está relacionado con la estructura del producto, como se resumirá en el siguiente apartado de esta introducción, y también con la temperatura y la composición. En el caso de productos viscosos o de gelificación débil como los néctares procesados de fruta, mermeladas, jaleas, etc., los componentes solubles e insolubles, en términos de sus tamaños moleculares o bien de sus partículas y su proporción, presentes de forma natural en el producto determinarán el comportamiento reológico, por lo que deben ser tomados en cuenta en el control de calidad de la formulación de dichos productos como hace mención Qiu y Rao (1988) en un estudio sobre el comportamiento reológico de pulpa de manzana. Pero además, existen, diferentes aditivos de uso común en la industria de alimentos para ayudar a conseguir la viscosidad característica de estos productos utilizando bajos niveles de concentración. Este es el caso de algunos hidrocoloides, tales como almidón, gelatina, goma guar, goma garrofin, pectina, carragenato, goma xanthan, derivados de celulosa arábica, agar, etc. La pectina considerada como fibra dietética soluble es un ingrediente deseable desde el punto de vista nutricional. Sin embargo, también pueden utilizarse otro tipo de fibras no solubles que ayudan a incrementar la viscosidad. Esta práctica puede afectar a algunas propiedades sensoriales del producto, especialmente a las reológicas (Grigelmo-Miguel et al., 1999a).

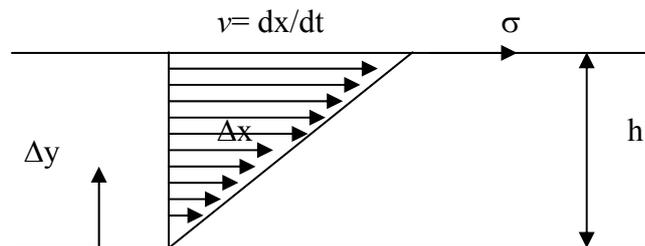
La caracterización reológica de los productos descritos anteriormente, con una consistencia semisólida y con partículas no solubles tiene ciertas dificultades debido a la inestabilidad del sistema asociado con la sedimentación o bien la flotación de las partículas, dependiendo del tamaño de partículas, del nivel del esfuerzo cortante o el gradiente de velocidad aplicados, del tiempo, etc. (Chiralt et al., 1991;1992;993).

Cuando se lleva a cabo una caracterización reológica de un material como un alimento líquido, se aplica un esfuerzo cortante ( $\sigma$ ) sobre el material y como

consecuencia éste empieza a fluir a una cierta velocidad de deformación  $\dot{\gamma} = d\gamma/dt$ , en la que  $t$  es el tiempo. En el caso de un líquido confinado entre dos placas paralelas separadas por una altura  $h$ , en la que la inferior está fija y la superior empieza a moverse con una velocidad  $v$  al aplicar un esfuerzo cortante ( $\sigma$ ) (Figura 2.1), la velocidad de deformación será como muestra la ecuación 2.1:

$$\dot{\gamma} = d\gamma/dt = d(\Delta x/\Delta y)dt = (d(\Delta x/dt)(1/d\Delta y) = v/h \quad (\text{Ec. 2.1})$$

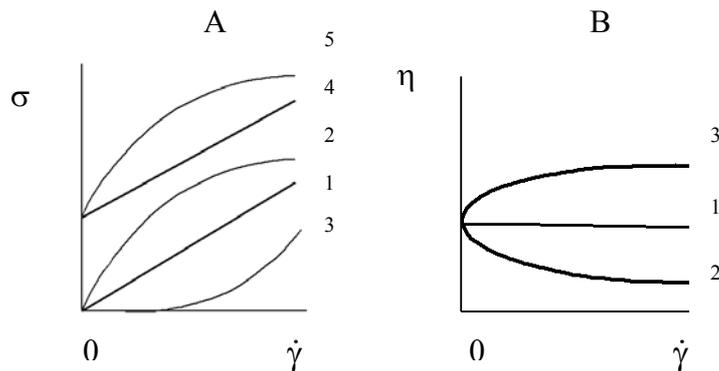
Según esto,  $\dot{\gamma}$  se puede calcular fácilmente si la distancia y la diferencia de velocidad entre las dos placas son conocidas. El gradiente de velocidad generado en el seno del fluido será, en este caso, perpendicular a la dirección del flujo.



**Figura 2.1. Flujo de cizalla creado entre dos placas paralelas separadas por una distancia  $h$  debido a la aplicación de un esfuerzo  $\sigma$ . La velocidad de flujo  $v_x$  se indica por medio de las flechas (Ton van Vliet, 2001).**

En cuanto a las relaciones básicas simples entre el esfuerzo y la velocidad de deformación, la Figura 2.2. presenta el comportamiento para varios alimentos en la circunstancia de una deformación por cizalla. La curva 1 en la Figura 2.2.A ilustra la relación para un líquido viscoso ideal o newtoniano, donde la viscosidad viene dada por la pendiente de la línea y es independiente de la velocidad de deformación

$\dot{\gamma}$  (curva 1 de la Figura 2.2.B). Se habla en estos casos de viscosidad newtoniana ( $\mu$ ). Para líquidos no newtonianos, la relación entre  $\sigma$  y  $\dot{\gamma}$  no es lineal (Figura 2.2.A., curvas 2 y 3), de manera que en ellos la viscosidad es dependiente de la velocidad de deformación, denominada viscosidad aparente,  $\eta$ . Si  $\eta$  disminuye con el aumento de  $\dot{\gamma}$  se habla de comportamiento pseudoplástico (curva 2 en la Figura 2.2 A y B) y si se observa un aumento, se habla de comportamiento dilatante (curva 3 de l Figura 2.2 A y B). Algunos productos que muestran comportamiento pseudoplástico son la leche concentrada, soluciones concentradas de macromoléculas, tales como xantano y goma guar y diversos zumos de fruta (Ton van Vliet, 2001).



**Figura 2.2.. Variación del esfuerzo cortante  $\sigma$  (A) y de la viscosidad (aparente)  $\eta$  (B) en función de la velocidad de deformación  $\dot{\gamma}$  para un producto típicamente newtoniano (1), pseudoplástico (2), dilatante (3), plástico de Bingham (4) y comportamiento plástico(5) (Ton van Vliet, 2001).**

El comportamiento pseudoplástico y dilatante se puede modelizar en un intervalo limitado de  $\dot{\gamma}$  mediante la ley de la potencia (LP), ecuación 2.2;

$$\sigma = k \dot{\gamma}^n \quad (\text{Ec. 2.2})$$

donde  $k$  (denominado índice de consistencia con unidades de  $\text{Pa s}^n$ ) y  $n$  (índice del comportamiento al flujo adimensional) son constantes. La ventaja más grande de esta ecuación de la ley de la potencia es que es relativamente fácil de utilizar tanto en cálculos de flujo analítico como numéricos en situaciones de flujo complejas. El índice de consistencia  $k$  está directamente relacionado con  $\eta$  y  $n$  toma valores menores que 1 en productos pseudoplástico y mayores que 1 en dilatantes, siendo 1 cuando el fluido es newtoniano.

El modelo de la ley de la potencia se ha utilizado para describir las propiedades de flujo de muchos fluidos, entre ellos productos de fruta con contenidos en sólidos solubles de concentraciones tan altas como 70°Brix (Akdogan y Mchugh, 2000), en suspensiones de fibra dietética de naranja (Grigelmo-Miguel et al., 1999c) y melocotón (Grigelmo-Miguel et al., 1999b), así como la mención por estos mismos autores del uso de este modelo en jugos de fruta no-despectinados y en jugos concentrados de fruta.

Sin embargo, muchos alimentos como la margarina, el tomate ketchup, puré de manzana y suero de leche se comportan como sólidos bajo esfuerzos pequeños y se parecen a líquidos bajo esfuerzos grandes, por lo que el flujo real solamente se nota por encima de un cierto valor de umbral, denominado umbral de esfuerzo,  $\sigma_0$ . El comportamiento plástico al flujo de este tipo de productos se muestra en la curva 5 de la Figura 2.2.A. Este comportamiento pseudoplástico a partir de  $\sigma_0$  y la presencia de un umbral de esfuerzo, no puede ser modelizado por la ley de la potencia, pero sí por el modelo de Herschel-Bulkley (HB) (ec. 2.3.) ampliamente utilizado para describir el flujo de este tipo de productos en un amplio intervalo de gradientes de velocidad ( $\dot{\gamma}$ ).

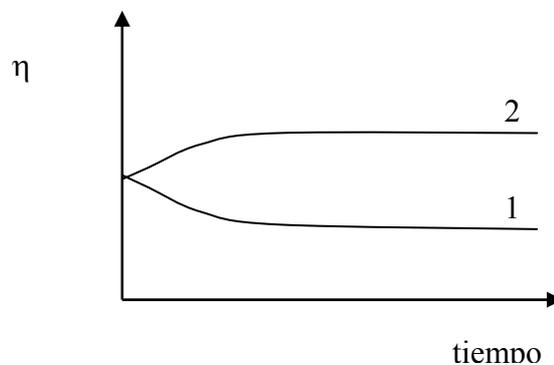
$$\sigma = \sigma_0 + k \dot{\gamma}^n \quad (\text{Ec.2.3})$$

En este caso, el umbral de esfuerzo es una característica muy importante para el diseño de procesos y evaluaciones de calidad debido a que esta relacionado con las sensaciones producidas en boca (Akdogan y Mchugh, 2000). Incluso, Qiu y Rao (1988) han encontrado relaciones que describen la dependencia entre el umbral de fluencia y la cantidad y tamaño medio de las partículas presentes en pulpa de manzana, de manera que valores más altos del umbral se relacionan con un menor tamaño de partícula (0.50 mm). También hay referencias que citan la aplicación del modelo HB para describir el comportamiento al flujo de plátano, melocotón, papaya y puré de mango (Akdogan y McHugh, 2000, Guerrero y Alzamora, 1998).

Los modelos mencionados en los apartados anteriores son los de uso más extendido cuando se trabaja con alimentos, si bien en la bibliografía pueden encontrarse algunos otros aplicables en situaciones más específicas (Barnes et al., 1989).

Por otro lado, el flujo de los sistemas alimentarios y por consiguiente el comportamiento reológico antes descrito puede presentar una dependencia con el tiempo de flujo y la historia de flujo que es conocido como el carácter tixotrópico del sistema. En el caso de que se muestre este tipo de comportamiento, si se mantiene un nivel de esfuerzo aplicado o un gradiente de velocidad constante en el fluido,  $\eta$  disminuye con el aumento del tiempo de flujo. El comportamiento inverso donde  $\eta$  aumenta con el tiempo se conoce como anitixotropía o bien también como reopexia. Ambos tipos de comportamiento se muestran en la **Figura 2.3**. Ambos fenómenos son reversibles puesto que la viscosidad aparente retorna a su valor inicial durante el reposo o durante la aplicación de velocidades de deformación muy bajas. Estos fenómenos son diferentes de aquellas situaciones en las que la

estructura del producto cambia irreversiblemente debido al flujo, como durante la agitación de gel de leche ácida para la preparación de yogur batido o durante el batido de nata, por lo que no debe confundirse con los mismos. El primer tipo de comportamiento, el tixotrópico, es común en muchos alimentos, sin embargo, la antitixotropía no se encuentra con frecuencia en los alimentos (Ton van Vliet, 2001).



**Figura 2.3. Representación esquemática de la variación de la viscosidad aparente  $\eta$  en función del tiempo de flujo cuando se mantiene una velocidad de deformación constante. (1) Tixotropía y (2) reopexcia.**

En la experimentación con este tipo de productos, en donde se evalúa el efecto del tiempo trabajando a esfuerzo o gradiente de velocidad constante, puede llegar a alcanzarse un valor de equilibrio de  $\eta$  como puede observarse en la **Figura 2.3**. En este caso, la  $\eta$  dependerá únicamente del valor de esfuerzo o de gradiente de velocidad aplicado.

El efecto del tiempo es también consecuencia de los cambios estructurales que sufre el producto en ese tiempo, por lo que los modelos para fluidos dependientes del tiempo que quieren considerar la influencia de este parámetro, deben contemplar el análisis de la cinética de reodestrucción estructural por efecto del

## Capítulo II.

---

flujo. No obstante, existen modelos empíricos que tratando de simplificar recurren a ecuaciones que ajustan la variación del esfuerzo con el tiempo cuando se fija un gradiente de velocidad. Un ejemplo de modelo empírico es el de Hahn (ec. 2.4) (Hahn et al., 1959), el cual se basa en asumir una cinética de primer orden para la ruptura estructural, para lo que asimila esta ruptura a la variación del esfuerzo ( $\sigma$ ) desde tiempo cero hasta un tiempo determinado;

$$\ln (\sigma - \sigma_e) = p - at \quad (\text{Ec.2.4})$$

En donde la constante  $p$  se corresponde con el valor de esfuerzo inicial para la degradación estructural, la constante  $a$  se relaciona con la velocidad específica de ruptura estructural y  $\sigma_e$  el valor del esfuerzo en la situación de flujo en equilibrio.

### **II.1.2 Estructura del alimento y su relación con las medidas reológicas.**

Como se ha comentado en el apartado anterior, las propiedades de flujo de los fluidos están estrechamente relacionadas con su composición y estructura interna, siendo las macromoléculas y la materia dispersa (que incluye partículas sólidas, gotas líquidas y gaseosas) los componentes estructurales mayoritarios en el sistema que compone un alimento. Por lo tanto, el comportamiento reológico de los sistemas multifásicos está determinado, generalmente, por el comportamiento de la fase continua y por las fuerzas entre las partículas. Para cada material existen fuerzas de interacción entre los diferentes componentes, a saber, enlaces químicos, interacciones físicas tales como fuerzas de Van der Waals, fuerzas electrostáticas, interacciones sólido-líquido, etc., las cuales dominan el comportamiento estructural bajo la acción de una deformación débil. A medida que la deformación se incrementa y se inicia el movimiento, el esfuerzo o las fuerzas de elongación pueden superar a las fuerzas estructurales. En este sentido, en los experimentos reológicos de cizalla se asume que a un determinado gradiente de velocidad el fluido eventualmente adquirirá un “equilibrio estructural”. En este punto la

viscosidad medida será una viscosidad de equilibrio o de estado estacionario. De hecho, esta función de viscosidad (en equilibrio)  $\eta(\dot{\gamma})$  es la que normalmente se cuantifica (Windhab, 1995), que se corresponde con la viscosidad aparente mencionada en el apartado anterior.

A medida que se incrementa el gradiente de velocidad, la viscosidad de la mayoría de los alimentos cambia rápidamente de acuerdo a un comportamiento no-newtoniano. La **Figura 2.4.** ilustra, de acuerdo a Windhab, (1995), la relación entre la viscosidad y el gradiente de velocidad en relación, a su vez, con los cambios en la estructura interna del producto.

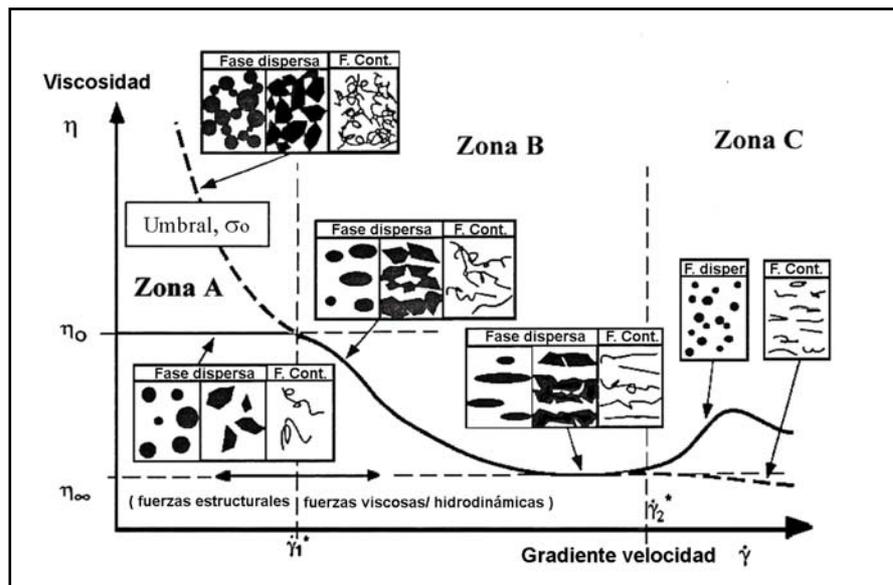


Figura 2.4. Relación entre la reología y la estructura cualitativa para fluidos multifásicos “estructurados”, tomado de Windhab, (1995).

Como se observa, existen tres zonas diferenciadas, que se encuentran separadas por dos gradientes de velocidad críticos  $\dot{\gamma}_1^*$  y  $\dot{\gamma}_2^*$ . A bajos gradientes de velocidad ( $\dot{\gamma} < \dot{\gamma}_1^*$ ), zona A, las fuerzas hidrodinámicas son despreciables y

únicamente el movimiento Browniano es el que actúa contra las fuerzas estructurales. Si la concentración de la fase dispersa o el contenido de macromoléculas en la fase continua es alto, su fuerte interacción genera un umbral de esfuerzo ( $\sigma_0$ ), lo cual implica que debe aplicarse una fuerza crítica antes de que se pueda generar cualquier movimiento. La viscosidad aparente en esta región, definida como la relación entre el esfuerzo cortante y el gradiente de velocidad antes de que se inicie el movimiento, es en teoría infinita (línea discontinua en la **Fig. 2.4.**). Para concentraciones bajas de los componentes estructurales, el que domina es el movimiento Browniano, que mantiene una estructura isotrópica con interacciones insignificantes entre las partículas o las macromoléculas. En este caso, la viscosidad aparente,  $\eta_0$ , es independiente del gradiente de velocidad y se observa un régimen newtoniano a bajos gradientes de velocidad (línea continua en la **Fig. 2.4.**).

A gradientes de velocidad intermedios ( $\gamma^*_1 \leq \gamma < \gamma^*_2$ ), zona B, las fuerzas hidrodinámicas son del mismo orden de magnitud que las fuerzas estructurales, lo cual induce a nuevas estructuras de acuerdo con el tipo, dirección y tiempo de aplicación de las fuerzas de movimiento. En el caso de que este tiempo sea suficiente largo se alcanzará una “estructura de equilibrio”. En la mayoría de alimentos multifásicos, esta estructura de equilibrio tiene una reducida resistencia “interna” al flujo en comparación con la zona A y por consiguiente la viscosidad se reduce con el incremento del gradiente de velocidad (o por el esfuerzo aplicados) en esta zona B, lo que se corresponde con un comportamiento pseudoplástico si dicha estructura se alcanza de forma instantánea o tixotrópico si requiere un cierto tiempo de cizalla. El cambio en la estructura de las partículas dispersas, que puede observarse experimentalmente por medio de técnicas microscópicas, consiste en una deformación, en el caso de gotas y burbujas, que adquieren una forma elipsoidal o una orientación de acuerdo a su forma en el caso de partículas gruesas y sus aglomerados. En el momento en que ocurre la máxima “orientación” el

sistema muestra una viscosidad mínima ( $\eta_{\infty}$ ) en un intervalo de gradientes de velocidad altos que conlleva un nuevo comportamiento newtoniano. La estructura inducida durante la cizalla en esta zona puede revertirse de forma parcial o completa al estado en que se encuentra en la zona A si el gradiente de velocidad se reduce de nuevo a valores bajos o bien si se recupera el estado de reposo.

En caso de excederse el límite del segundo gradiente de velocidad ( $\gamma > \gamma^*_2$ ), zona C, el estado de máxima orientación puede distorsionarse. Esta distorsión puede resultar en inestabilidades del flujo, interacciones partícula-partícula, especialmente si hay partículas gruesas o cambios en la estructura debidos al rompimiento de burbujas que provocan el incremento de la dispersión. Con estos cambios, la resistencia de flujo y la viscosidad pueden incrementarse de nuevo dando lugar a un comportamiento conocido como dilatante (línea continua en la **Fig. 2.4.**). Sin embargo, si lo que contiene el sistema son disoluciones macromoleculares, en este caso puede observarse una rotura de las redes moleculares alineadas que se han formado en la zona B y causar una nueva disminución de la viscosidad (línea discontinua en la **Fig. 2.4.**).

Algunos ejemplos donde se puede observar este tipo de comportamiento viscoso con la presencia de los tres dominios, A, B y C según el gradiente de velocidad pueden observarse en emulsiones concentradas como la mayonesa, en suspensiones como chocolate, así como sistemas aireados como productos espumosos tipo “mousse” (Windhab, 1995).

Si en la experimentación con un producto se observan los valores constantes de  $\eta_0$  y  $\eta_{\infty}$ , la modelización exige recurrir a ecuaciones más complejas que las descritas en el apartado anterior, como el modelo de Cross (Barnes, 1989). En caso contrario, las ecuaciones anteriormente señaladas (Ostwald o Ley de la Potencia (Ec.2.2), Herschel Bulkely (Ec.2.3), Bingham)) suelen permitir una modelización

## Capítulo II.

---

adecuada del comportamiento al flujo, al menos en un determinado intervalo de gradiente de velocidad. No obstante, dado que los sistemas alimentarios existen como sistemas complejos estructurados en múltiples fases, estos pueden describirse también por medio de modelos para sistemas viscosos multifásicos, en donde, la descripción reológica se basa en parámetros físicos cuantificables, y que afectan las características de flujo o textura de los sistemas multifásicos “estructurados” (Windhab, 1995).

Los cambios de estructura mencionados que ocurren al variar el gradiente de velocidad pero que son instantáneos en el tiempo, reflejarían el comportamiento de los productos que se muestran pseudoplásticos, dilatantes o plásticos. No obstante, como ya se ha indicado el primer apartado de esta introducción, algunos productos muestran un comportamiento variable con el tiempo aún cuando el esfuerzo o el gradiente de velocidad se mantienen constantes. En estos casos, el cambio de estructura comentado no es instantáneo sino que ocurre durante un cierto tiempo y conlleva una desorganización o reorganización de la estructura dependiendo de que se trate de fluidos tixotrópicos o antitixotrópicos, respectivamente.

Por otra parte, en el caso de productos fluidos o con gelificación débil como los procesados de frutas, néctares, cremogenados, mermeladas, etc., o bien como los evaluados en este estudio con una consistencia semisólida y con partículas no solubles, el comportamiento reológico en flujo depende de su composición y estructura en términos de los siguientes factores, con diferente influencia de la temperatura (Chiralt et al., 1991;1992;993):

- Concentración y el peso molecular de los solutos moleculares. La influencia de la temperatura sobre la viscosidad asociada a esta contribución es grande, y tanto mayor cuanto mayor es la concentración y peso molecular de los solutos, ya que influye a través de las interacciones moleculares en el sistema.

- Concentración y el peso molecular de los solutos macromoleculares, como las pectinas solubles, por ejemplo. En este caso, la influencia de la temperatura sobre la viscosidad tiene un efecto antagónico, ya que por una parte al aumentar la temperatura disminuyen las interacciones moleculares en el sistema, disminuyendo así la viscosidad, pero por otra parte, un aumento de la temperatura supone un mayor desplegamiento de las cadenas macromoleculares, al potenciarse las interacciones soluto-solvente, y por tanto una mayor viscosidad, al aumentar el volumen hidrodinámico del polímero. La compensación parcial de estos dos efectos hace que la influencia de la temperatura pueda ser de menor magnitud que en el caso de solutos moleculares, y probablemente tanto menor cuanto más dificultades de solvatación presente la cadena.
- Concentración y tamaño de las partículas dispersas. En este caso, la influencia de la temperatura sobre la viscosidad suele ser de menor magnitud y es el resultado del cambio en las interacciones hidrodinámicas (de flujo) de estas partículas con el cambio de viscosidad de la fase continua.

El diferente grado de contribución de cada uno de estos factores a la viscosidad de la pulpa definirá además el nivel de influencia de la temperatura en su comportamiento reológico. Si los sólidos moleculares determinan predominantemente la viscosidad del producto, ésta estará notablemente afectada por la temperatura, tanto más cuanto mayor sea la concentración. Este efecto se ha encontrado en zumos de frutas clarificados y con bajo contenido en pectinas (Villarreal y Costell, 1989). Por otro lado, concentrados de tomate, “hot break”, con las pectinas más inalteradas, presentaron menor energía de activación que el “cold break” donde las pectinas han sido objeto de la acción de las enzimas pectolíticas (Fito et al., 1983). Esto es coherente con el efecto antagónico comentado de la temperatura en las disoluciones macromoleculares.

### **II.1.3. Influencia de la fibra en el comportamiento reológico de los alimentos.**

La fibra incorporada en los alimentos formulados puede cambiar su consistencia, su textura, el comportamiento reológico y las características sensoriales de los productos finales. En este sentido, la aparición de nuevas fuentes de fibra, así como la investigación y mejora de sus propiedades funcionales pueden ofrecer nuevas oportunidades en su uso en la industria alimentaria. Por otra parte, además de por sus propiedades nutricionales, la fibra puede utilizarse con propósitos económicos y tecnológicos como un agente para incrementar el volumen y como sustituto de grasa.

Sin embargo, no todas las fibras pueden incorporarse en la misma forma (concentración y tipo) y a la misma gama de productos (bebidas, productos lácteos, sopas, mermeladas, salsas, carne, snacks, pastas, y productos de panadería). Las propiedades funcionales son los factores determinantes para su uso (Guillén y Champ, 2000). Éstas dependen de las características intrínsecas de la fibra, la forma en que el producto es procesado y de su estructura final u ordenación espacial de sus elementos estructurales y sus interacciones.

En este sentido, las propiedades fisicoquímicas de la fibra dietética juegan un papel muy importante en la funcionalidad que estas puedan presentar: tamaño de partícula de la fibra, porosidad y características químicas del área superficial, hidratación, propiedades reológicas y de retención o ligado de la grasa, así como el color, aroma y sabor. Por ejemplo, las gomas han sido utilizadas durante años como espesantes o para impartir viscosidad a la fase acuosa de los sistemas alimentarios proporcionando además textura, cuerpo y una adecuada sensación sensorial en boca. Además, también ayudan a que el material disperso se encuentre estable en la matriz del producto que lo contiene. Estabilizan emulsiones (aceite disperso en agua) y espumas (gas disperso en agua). Pueden a su vez, proporcionar

estabilidad durante la congelación y descongelación, así como controlar la sinéresis. Las fibras insolubles pueden utilizarse como agentes texturizadores que imparten volumen al producto (Femenia, et al., 1997), lo que depende principalmente en las propiedades de hidratación. Esto afectará también a los cambios en la textura, aroma, sabor y en general a las sensaciones sensoriales. La fibra insoluble puede resultar en una textura arenosa y en un cambio en las propiedades funcionales del alimento que deben ser tomadas en cuenta, y que puede estar, a su vez, relacionado con el tamaño de partícula.

Algunos ejemplos del uso y repercusión de los aislados de fibra en diferentes productos se pueden mencionar:

- En ensayos realizadas por Staffolo et al. (2004), en yogurt, utilizando un 1,3% de fibras de inulina, bambú, trigo y manzana, en un medio lácteo con un pH entre 4,4 a 4,6 se observó un comportamiento pseudoplástico y que fue descrito con buenos coeficientes de correlación utilizando la ley de la Potencia. Las fuerzas de compresión mecánicas mostraron diferencias significativas entre el yogurt control (sin fibra) y los fortificados, siendo los de trigo y bambú los de mayor valor debidas a su mayor carácter insoluble. Además, esta propiedad de acuerdo a Staffolo et al. (2004), se vio reflejada en la alta aceptación de los yogures con fibra en las respuestas sensoriales llevadas a cabo de acuerdo a una respuesta hedónica y en la cual la propiedad de textura tuvo una amplia aceptación con más del 50% del panel de evaluación.
- En el caso de productos cárnicos secos bajos en grasa se ha utilizado también el uso de fibras de fruta como agente sustituto de la grasa. García et al. (2002), evaluó el uso de fibras de trigo, avena, manzana, melocotón y naranja obteniendo buenos resultados sensoriales (olor,

color, textura, sabor, aceptación global) con un nivel de fibra al 1,5%. Una de las fibras de mayor aceptación la constituyó la de melocotón por su mejor sabor respecto a las otras. La adición de fibra de fruta en este tipo de embutidos curados secos con un 6 y un 10% de grasa resultó en productos menos duros y más elásticos respecto al producto tradicional (25% de grasa) de acuerdo a la evaluación mecánica. La fibra de melocotón utilizada en este tipo de productos, también ha sido empleada en productos de panadería de bajo valor energético tipo “muffins” obteniendo productos aceptables a niveles de concentración de la fibra inferiores al 5% (Grigelmo-Miguel, et al., 1997) y en salchichas bajas en grasa, en las que la fibra fue añadida como una suspensión acuosa y en las que se obtuvieron productos que mantenían las propiedades sensoriales originales (Grigelmo-Miguel, et al., 1997).

- En otra gama de productos como mermeladas de fresa, Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso (1999a) evaluaron el uso de la fibra de melocotón como sustituto parcial o total de los agentes espesantes convencionales. El efecto producido por la adición de la fibra de melocotón hasta un 4% ayudó a obtener mayores viscosidades con la aparición de un comportamiento pseudoplástico modelizable por medio de la ley de la Potencia. En este caso, al comparar las mermeladas elaboradas con pectina (modelizadas de acuerdo a un comportamiento plástico de Bingham) y aquellas con altos contenidos de fibra de melocotón, los autores (Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso, 1999a) relacionaron la pseudoplasticidad de las mermeladas con la presencia de las partículas de fruta y fibra. Por otra parte, observaron que mayores contenidos de fibra se producían las mayores variaciones de viscosidad en las mermeladas.

- En cuanto al uso de la fibra como ingrediente funcional cabe destacar como diversos estudios evalúan el uso de fibras de frutas para la elaboración de alimentos procesados. Tales son los casos de fibras de naranja (Grigelmo-Miguel y Martín-Belloso, 1999b), melocotón (Grigelmo-Miguel, Gorinstein y Martín-Belloso, 1999) y mango (Larrauri, et al., 1996), obtenidas como subproductos de la extracción y procesamiento del jugo de la pulpa, y que en los tres casos su alta capacidad de retención de agua, entre 7,3 y 12,1 g agua/g fibra, permite su uso para evitar problemas de sinéresis, modificar la viscosidad y textura en los productos formulados, y reducir las calorías si se utilizan como sustitutos totales o parciales de ingredientes con un alto valor energético. También se ha descrito el uso de fibra de manzana y de piel de cítricos (pomelo, limón, naranja) (Figuerola et al., 2005).

En este capítulo de la tesis se recogen las propiedades de flujo de las tres fibras alimentarias con las que se ha trabajado, evaluando la influencia de la concentración, de la temperatura, del método de preparación, del tiempo de cizalla y del tiempo de almacenamiento, en dicho comportamiento. Los objetivos específicos y el plan de trabajo seguido para cumplirlos se ha detallado en el punto 2.



## **II.2 MATERIAL Y MÉTODOS.**

### **II.2.1 Preparación de las suspensiones de fibra.**

Partiendo de una disolución de sacarosa de 45 ° Brix se prepararon suspensiones de cada una de las fibras a diferente concentración, con el fin de conocer el comportamiento reológico de las mismas y el efecto de diferentes factores sobre éste. Los niveles de concentración, entre 2 y 3% para las suspensiones de fibra de limón, entre 3,0 y 5,5% en las suspensiones de fibra de naranja y entre 4 y 8% en las suspensiones de fibra de manzana, fueron seleccionados para obtener suspensiones con niveles de viscosidad iguales o superiores a los mostrados por una disolución de sacarosa de 45°Brix y pectina al 2,5% (Saldaña et al., 2000).

#### **II.2.1.1 Fibra de Limón.**

Con las suspensiones de fibra de limón se analizó la influencia de diferentes factores en la curva de flujo. Estos factores fueron: el método de preparación de la suspensión (en cuanto a tiempo, temperatura y tipo de agitación), la concentración de fibra y el tiempo de almacenamiento del producto. El estudio reológico contempló, además de la influencia de estos factores, el efecto de la temperatura a la que se realiza la caracterización reológica y la dependencia del comportamiento reológico con el tiempo de cizalla. En todos los casos se utilizó la fibra de limón descrita en la sección I.2.1 del Capítulo I, añadida a una disolución de sacarosa de 45° Brix según se describe a continuación.

**Estudio de la influencia del método de preparación y del tiempo de almacenamiento.**

Para este estudio se prepararon dos series de muestras, una para evaluar el efecto del tipo de agitación y otra para evaluar el efecto del tiempo de agitación.

En la serie 1 se utilizó una concentración de fibra del 2,5 % (p/p). Para conseguir la dispersión de la fibra en la disolución de sacarosa de 45° Brix se utilizaron dos equipos: un homogeneizador Ultraturax que trabajó a 8000 rpm y un agitador Heidolph a 300 rpm. En cada caso, la agitación se realizó manteniendo la muestra en un baño a 25 y a 60 °C por tiempos diferentes según se especifica en la Tabla 2.1.

Estas muestras de la serie 1 se caracterizaron reológicamente, tal y como se describe en el punto II.2.2.1, a las 24 h y después de diferentes tiempos de almacenamiento a 5 °C (entre 22 y 50 días).

**Tabla 2.1. Tiempo de agitación (min) de las muestras preparadas en la serie 1. Entre paréntesis se indica el código utilizado para identificar cada una de las muestras preparadas.**

Temperatura (°C)	Agitación	
	Ultraturax	Heidolph
25	7 (U <sub>25-7</sub> )	30 (H <sub>25-30</sub> )
60	10 (U <sub>60-10</sub> )	45 (H <sub>60-45</sub> )

En el caso de las fibras preparadas con el Ultraturax, se aplicaron 50 mbar de vacío durante 10 min una vez finalizada la preparación con el fin de eliminar

burbujas de aire en la suspensión. Al cabo del tiempo de reposo de 24 h no se observó aire presente en la suspensión.

Para la serie 2 se prepararon, a 25 °C, dispersiones de fibra de limón en disolución de sacarosa de 45 °Brix al 2,5 % utilizando el Ultraturax (a 8000 rpm) durante 7, 15 y 20 min. En este caso, la caracterización reológica, según lo descrito en el punto II.2.2.1, se realizó únicamente a las 24 h de su preparación.

### **Estudio de la influencia de la concentración y del tiempo de almacenamiento**

Para esta parte del estudio se seleccionó como método de preparación de la dispersión de fibra en la disolución de sacarosa de 45°Brix la homogeneización con Ultraturax (8000 rpm) durante 7 min y a 25 °C. Las concentraciones seleccionadas fueron 2; 2,25; 2,5; 2,75 y 3 %. Todas las preparaciones se caracterizaron reológicamente, tal y como se describe en el punto II.2.2.1, a las 24 h y después de 20 días de almacenamiento a 5 °C. Además, la suspensión al 2,5 % fue utilizada para estudiar la influencia de la temperatura en el comportamiento reológico, según se describe en el punto II.2.2.2 y las del 2, 2,5 y 3 % para el estudio de la dependencia del comportamiento reológico con el tiempo de cizalla (apartado II.2.2.3).

#### **II.2.1.2 Fibras de Naranja y Manzana.**

Se utilizaron las fibra de naranja y manzana descritas en la sección I.2.1 del Capítulo I. En este caso, y debido a los problemas de sedimentación de las partículas insolubles observados al preparar las suspensiones de estas fibras, se utilizó como disolución de partida la de sacarosa de 45 ° Brix pero con un 2 % de pectina (Referencia 55638 29/01/02 Lote 010, Guinama, España) añadida.

## Capítulo II.

---

Para preparar las suspensiones se pesaron las cantidades necesarias de agua, pectina y de sacarosa para preparar la disolución de 45 °Brix y al 2 % de pectina. La pectina se mezcló en seco con sacarosa en una proporción aproximada 1:1 y se añadió la mitad del agua total. La mezcla se mantuvo a 60°C con una agitación constante de 300 rpm (utilizando un agitador Heidolph) durante 30 min. Por otro lado, se mezcló la fibra (en la cantidad necesaria en función de las concentraciones que se describen a continuación) con el resto de la sacarosa y del agua a 60 °C durante 7 min utilizando para ello el Ultraturax a 8000 rpm. Finalmente, se juntaron ambas preparaciones homogeneizando con el Ultraturax a 8000 rpm durante 13 min más a 60°C. Así, el tiempo total de dispersión de la fibra fue de 20 min. Por diferencia de peso se calculó el agua perdida por evaporación durante la preparación y se añadió al final del proceso. Las muestras se dejaron enfriando en reposo durante 24 h a temperatura ambiente antes de ser medidas instrumentalmente a las 24 h y después de 20 días de almacenamiento a 5 °C tal y como se describe en el punto II.2.2.1. En este caso al finalizar la preparación de las suspensiones no se observó la presencia de aire en la mezcla por lo que no fue necesario aplicar el tratamiento con vacío como en el caso de las suspensiones de fibra de limón. Además, se utilizaron las suspensiones de naranja al 5,5 % y de manzana al 8 % para el estudio de la dependencia del comportamiento reológico con el tiempo de cizalla (apartado II.2.2.3).

La disolución de pectina al 2 %, preparada siguiendo el mismo procedimiento descrito en el párrafo anterior pero sin utilizar la fibra y añadiendo en su lugar la cantidad restante de agua y sacarosa necesarias para obtener una concentración deseada, se caracterizó también reológicamente de la misma forma que las suspensiones de fibra.

## **II.2.2 Caracterización reológica**

Todas las pruebas reológicas que se describen a continuación se realizaron por triplicado.

### **II.2.2.1. Obtención de los reogramas a 25 °C.**

Las mediciones para obtener las curvas de flujo en el caso de la fibra de limón y naranja se llevaron a cabo a 25°C en un Reómetro de Placas (Modelo Rheolab MC100, Paar Physica, Austria) trabajando con 1 mm de espesor de muestra y una placa de 50 mm de diámetro. En el caso de la fibra de manzana se utilizó un Reómetro de Cilindros Concéntricos (Modelo Rheolab MC1, Paar Physica, Austria) con un radio del cilindro interno de 22,5 mm y de 24,4 mm del externo (Z2DIN 53019). En ambos casos, se utilizó un baño termostatado para controlar la temperatura de medición ( $25,0 \pm 0,1$ ). El reograma se obtuvo aplicando un barrido de gradiente de velocidad de 0 a  $100 \text{ s}^{-1}$  en 1 min. Esta caracterización se hizo a todas las muestras preparadas.

### **II.2.2.2. Estudio de la influencia de la temperatura en el reograma.**

En el caso de la fibra de limón 2.5 %, preparada según se ha descrito en el punto II.2.1.1 (estudio de la influencia de la concentración y del tiempo de almacenamiento), se obtuvieron las curvas de flujo también a 10, 20, 30, 40, 50 °C, en las mismas condiciones descritas en el apartado anterior.

### **II.2.2.3 Estudio de la dependencia del comportamiento reológico con el tiempo de cizalla.**

Para este estudio se trabajó con las suspensiones de fibra de limón al 2,0, 2,5 y 3,0%, de naranja al 5,5 % y de manzana al 8 %. Se utilizaron los equipos descritos en la sección **II.2.2.1**.

En este caso se obtuvo la variación del esfuerzo cortante con el tiempo al aplicar un gradiente de velocidad constante, trabajando siempre a 25°C. Se aplicaron gradientes de 5, 10, 30, 50 y 100 s<sup>-1</sup> durante 600 s. En los casos en los que se observó efecto del tiempo en  $\sigma$ , se obtuvieron los reogramas programando un barrido de ascenso de gradiente de velocidad de 0 a 10s<sup>-1</sup>, manteniendo a 10s<sup>-1</sup> durante 1, 2, 3, 4, 5, 6 y 7 min y aplicando un barrido de descenso desde 10 a 0 s<sup>-1</sup>. Esto permitió estudiar el efecto del tiempo de cizalla en el área de histéresis.

### **II.2.3 Análisis estadístico de los datos.**

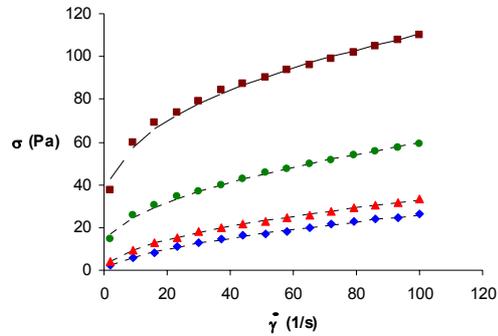
La modelización de los reogramas se realizó por un procedimiento de regresión no-lineal, al 95% del nivel de probabilidad, utilizando el programa Statgraphics Plus v. 5.1.

Para el análisis de efecto de los diferentes factores estudiados en los parámetros de los modelos ajustados o en la viscosidad de las suspensiones se realizaron análisis de la varianza (ANOVA) utilizando el mismo programa.

## **II.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.**

### **II.3.1 Estudio del efecto del método de preparación en el comportamiento reológico de suspensiones de fibra de limón.**

Como variables del método de preparación de la fibra de limón se consideraron el tipo de agitación, el tiempo y la temperatura de mezcla. La **Figura 2.5.** presenta un ejemplo de uno de los reogramas obtenidos para cada tipo de muestra de la serie 1 preparada. Como puede observarse, en todos los casos se aprecia una diferencia de comportamiento en función del método de preparación empleado. Para los dos tipos de agitación se observa que cuanto mayor ha sido el tiempo de homogeneización y la temperatura a la que se ha realizado la dispersión de la fibra, más se desplaza la curva que describe el comportamiento al flujo hacia arriba, aunque cuando se emplea el agitador Heidolph la diferencia es mucho menos acusada. Por otra parte, al comparar los dos sistemas de agitación, se comprueba como el uso del homogeneizador Ultraturax también supone un desplazamiento de las curvas hacia arriba.



**Figura 2.5.** Ejemplo de reogramas obtenidos para las muestras de fibra de limón de la serie 1. U<sub>25-7</sub> (●): Ultraturrax, 25 °C, 7 min; U<sub>60-10</sub> (■): Ultraturrax, 60 °C, 10 min; H<sub>25-30</sub> (◆): Heidolph, 25 °C, 30 min; H<sub>60-45</sub> (▲): Heidolph, 60 °C, 45 min. Las líneas punteadas corresponden al modelo ajustado (Tabla 2.2.).

Para llevar a cabo una comparación más exhaustiva entre los tratamientos, se caracterizó el comportamiento reológico de las diferentes muestras aplicando el modelo de Herschel-Bulkley (HB) (Ec. 2.3) o la ley de la potencia (LP) (Ec. 2.2) en el caso de que el umbral de fluencia no fuese estadísticamente significativo. La **Tabla 2.2.** muestra el valor de los parámetros de los modelos obtenidos y que han sido descritos en la introducción de este capítulo. Las ecuaciones fueron obtenidas por regresión no-lineal utilizando el programa Statgraphics Plus v. 5.1. (**Apartado II.2.3**)

**Tabla 2.2. Valor medio y desviación estándar (DE) de los parámetros de los modelos de Herschel-Bulkley o Ley de Potencia obtenidos para las distintas muestras de fibra de limón preparadas. U<sub>25-7</sub>: Ultraturrax, 25 °C, 7 min; U<sub>60-10</sub>: Ultraturrax, 60 °C, 10 min; H<sub>25-30</sub>: Heidolph, 25 °C, 30 min; H<sub>60-45</sub>: Heidolph, 60 °C, 45 min.**

Muestra	$\sigma_0$ (Pa)		k (Pas <sup>n</sup> )		n		Ajuste modelo	
	Media	DE	Media	DE	Media	DE	R <sup>2</sup>	EEE
H <sub>25-30</sub>	n.s.		1,64	0,08	0,599	0,011	99,75	0,3578
H <sub>60-45</sub>	n.s.		2,91	0,09	0,521	0,006	99,86	0,3154
U <sub>25-7</sub>	9,9	1,8	4,8	0,9	0,51	0,04	99,54	0,8688
U <sub>60-10</sub>	25	6	14	4	0,40	0,05	98,93	2,0663

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación, n.s.; no significativo.

En el caso de las preparaciones realizadas a baja velocidad de agitación, utilizando el agitador Heidolph, los umbrales de fluencia ( $\sigma_0$ ) obtenidos al aplicar el modelo HB no fueron significativos, por lo que su modelización se llevó a cabo utilizando la LP. En el caso de las preparaciones con Ultraturrax si que se observó un carácter plástico de las muestras, con un umbral de fluencia significativo tanto al obtenerlas a 25 como a 60°C y que fue de 9,9 con una desviación de 1,8 y 25 con una desviación de 6 Pa, respectivamente. Debe destacarse que es importante considerar el umbral de fluencia cuando éste es significativo para modelizar el comportamiento de un producto, ya que, además de que desde el punto de vista físico el modelo es más apropiado porque toma en consideración el carácter plástico del producto según el cual es necesario aplicar una energía inicial mínima para lograr el movimiento del material (Duran y Costell, 1982; Mizrahi 1979), dicho umbral tiene una importante relación con las percepciones sensoriales del producto (Akdogan y Mchugh, 2000),

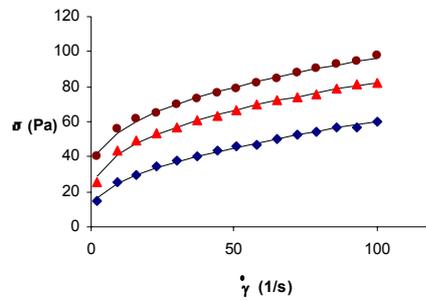
El ajuste de ambos modelos tuvo un coeficiente de determinación, relacionado con el porcentaje de variabilidad del esfuerzo cortante que es explicado por el modelo, bastante elevado, que osciló entre 0,9893 y 0,9986. El error estándar de la estimación de  $\sigma$  varió entre 0,3 y 2,1 Pa. En la **Figura 2.5.** se muestra, por medio

de líneas punteadas, el buen ajuste de los modelos utilizados a los valores experimentales.

Respecto a los valores de los parámetros  $k$  y  $n$  (**Tabla 2.2.**), éstos reflejan lo observado en las curvas de flujo, de manera que tanto el uso del Ultraturrax como la aplicación de temperaturas más altas y durante más tiempo en el momento de preparar la dispersión de la fibra suponen valores del índice de consistencia mayores y del índice de comportamiento al flujo menores. La acción del Ultraturrax puede estar relacionada con su efecto mecánico, ya que probablemente ocurra una rotura de las partículas fibrosas que forman parte de la composición de la fibra de limón o una disgregación de partículas inicialmente agregadas (**apartado I.3.2 del Capítulo I**), que podría contribuir a una mayor interacción con la fase acuosa y/o una mayor solubilización de componentes, que aumentaría la viscosidad de la dispersión (mayor valor de  $k$ ) y supondría una separación del comportamiento de la muestra al de un fluido newtoniano (menor valor de  $n$ ), además de comportar la aparición de un umbral de fluencia.

Por su parte, el uso de temperaturas más altas y durante más tiempo en el momento de la preparación de la fibra puede contribuir a una mayor solubilización de los componentes solubles, dando como consecuencia un aumento de la consistencia y del carácter plástico y pseudoplástico de la dispersión. El efecto más marcado cuando se ha utilizado el Ultraturrax durante la preparación estaría indicando que la fragmentación y disgregación de las partículas comentado anteriormente de alguna manera facilita la interacción de las mismas con la fase acuosa. No obstante, para separar el efecto del tiempo de homogeneización del de la temperatura en este caso, se preparó una nueva serie de muestras, la serie 2, a temperatura constante de 25 °C aplicando 7, 15 y 20 min de homogeneización.

En la **Figura 2.6** se pueden observar los diferentes reogramas para los tres tiempos de preparación, así como la línea correspondiente al modelo HB ajustado en cada caso, cuyos parámetros aparecen en la **Tabla 2.3**. Se observa un aumento de la consistencia de las muestra al aumentar el tiempo de dispersión, si bien parece observarse que se tiende a un valor de equilibrio pues la diferencia de las curvas ente 7 y 15 min son mucho mayores que entre 15 y 20.



**Figura 2.6.** Reogramas medios obtenidos para las muestras de la serie 2 a una concentración del 2,5%. Los tiempos de tratamiento corresponden a: (●) 20 min, (▲) 15 min, y (◆) 7 min. Las líneas corresponden al comportamiento predicho por el modelo de Herschel-Bulkley ajustado.

**Tabla 2.3. Valor medio y desviación estándar (DE) de los parámetros del modelo de Herschel-Bulkley ajustado a los datos de la curva de flujo de las muestras de la serie 2 de concentración 2,5 %.**

Tiempo (min)	Modelo							
	$\sigma_0$ (Pa)		k (Pas <sup>n</sup> )		n		Ajuste	
	Media	DE	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
7	9,4	1,9	5,1	1,0	0,50	0,04	0,8870	99,53
15	13	4	12	3	0,38	0,04	1,2646	99,35
20	27	4	11	2	0,40	0,04	1,1405	99,50

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación

En relación con los parámetros del modelo ajustado, en primer lugar, cabe destacar la similitud de los resultados obtenidos al comparar la muestra al 2,5 % preparada durante 7 min de homogeneización de esta serie 2 con la muestra U<sub>25-7</sub> de la serie 1 preparada en las mismas condiciones (**Tabla 2.2**), lo que refleja la reproducibilidad del método de preparación de la fibra. Al comparar el valor de los parámetros se confirma un aumento del umbral de fluencia al aumentar el tiempo de tratamiento. También se observa un aumento de k y una disminución de n.

Según el análisis de la varianza (ANOVA) realizado, las diferencias fueron estadísticamente significativas ( $p < 0.05$ ) entre 7 y 15 min y no entre 15 y 20 min para los parámetros k y n, mientras que para el umbral de fluencia no lo fueron entre 7 y 15 min y sí con las de 20. En base a estos resultados, se confirma que también el tiempo de homogeneización, y no sólo la temperatura de mezcla, contribuye a la obtención de dispersiones con mayor viscosidad. De hecho, si se incluye en el ANOVA la muestra U<sub>60-10</sub> de la serie 1 junto las muestra de la serie 2, la primera se agrupa con las de mayor tiempo de homogeneización preparada a 25°C, lo que estaría indicando que puede desarrollarse la misma viscosidad de las suspensiones de fibra de limón homogenizando durante más tiempo o preparando la suspensión a mayor temperatura.

---

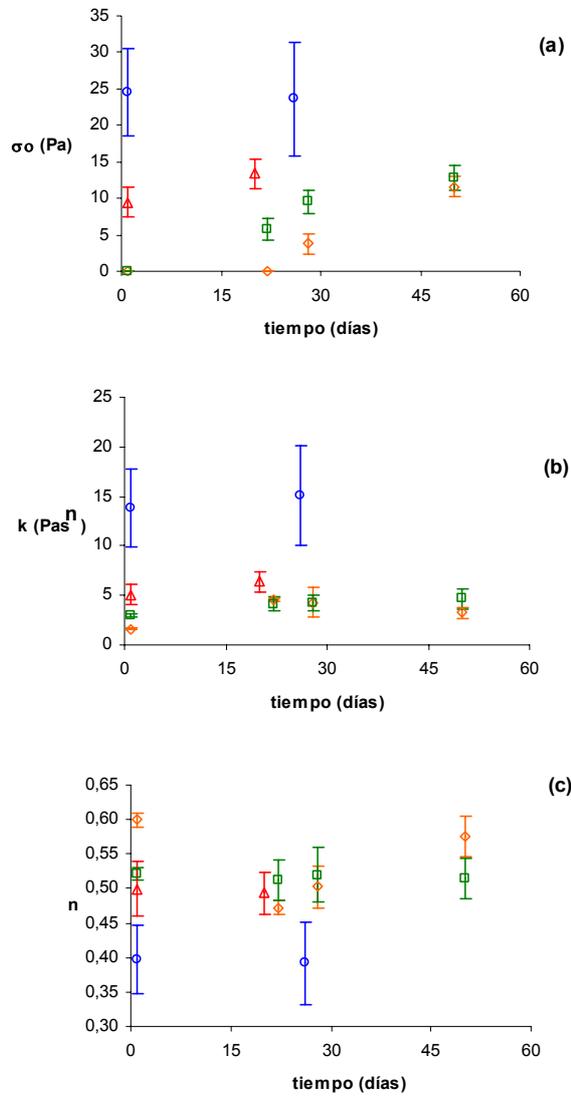
**Evaluación del efecto del tiempo de almacenamiento en el comportamiento reológico de las preparaciones.**

Con el fin de analizar un posible efecto del tiempo de almacenamiento en el comportamiento reológico de las preparaciones obtenidas utilizando ambos sistemas de homogenización (H y T), las muestras de la serie 1 fueron de nuevo caracterizadas en su reograma después de un tiempo de almacenamiento. Los reogramas obtenidos fueron modelizados de la misma forma que se hizo con los correspondientes a las muestras después de 24 h de su preparación. En la **Figura 2.7** se observa la evolución de los parámetros del modelo. Como puede observarse, el efecto más acusado del tiempo de almacenamiento lo fue sobre el parámetros  $\sigma_0$ , de manera que se observa que las muestras preparadas con el agitador Heidolph, que inicialmente no presentaban umbral de fluencia, lo fueron desarrollando con el tiempo de almacenamiento, siendo su valor cada vez mayor. Este incremento de  $\sigma_0$  con el tiempo fue significativo ( $p < 0,05$ ) para las dos muestras H y también para la obtenida con el Ultraturrax a menor temperatura, mientras que permaneció estable en la muestra preparada también con el Ultraturrax pero a mayor temperatura. Este resultado estaría en coherencia con un aumento de la solubilización progresiva de los componentes de la suspensión, que ocurrirá durante el almacenamiento siempre que en el momento de la preparación no se haya alcanzado la máxima solubilización de componentes. Esto último es lo que parece conseguirse en la muestras  $U_{60-10}$ .

Respecto a los otros 2 parámetros,  $k$  y  $n$ , sólo se detectó un aumento significativo de  $k$  y una disminución significativa de  $n$  para la muestra  $H_{25-30}$ , en la que se habría conseguido la menor solubilización de componentes durante la preparación, y sólo hasta el momento en que aparece un umbral de fluencia en la misma (a los 22 días de almacenamiento).

Desde este punto de vista, si se desea obtener un producto estable que no evolucione con el tiempo, debería utilizarse un sistema de agitación intensa, como

la que proporciona el Ultraturrax a 8000 rpm, y realizar la preparación a una temperatura de 60°C durante 10 minutos, lo que permite la máxima solubilización de componentes en el momento de la preparación de la suspensión y por lo tanto, la máxima viscosidad en la misma, sin que ésta sufra cambios posteriores en el almacenamiento. No obstante, en base a los resultados comentados en el apartado anterior (**Tabla 2.3**), es posible que a la temperatura de 25°C durante un tiempo de homogenización de la muestra con el Ultraturrax entre 15 y 20 min también se consiga el mismo efecto.

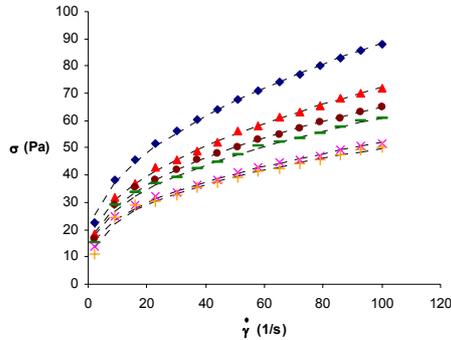


**Figura 2.7** Variación del esfuerzo umbral  $\sigma_0$ , (a), del índice de consistencia  $k$ , (b), y del índice de comportamiento al flujo  $n$  (c), durante el almacenamiento de las muestras de la serie 1. U<sub>25-7</sub> ( $\Delta$ ): Ultraturrax, 25 °C, 7 min; U<sub>60-10</sub> ( $\circ$ ): Ultraturrax, 60 °C, 10 min; H<sub>25-30</sub> ( $\diamond$ ): Heidolph, 25 °C, 30 min; H<sub>60-45</sub> ( $\square$ ): Heidolph, 60 °C, 45 min.

### **II.3.2 Estudio del efecto de la temperatura en el comportamiento reológico de una suspensión de fibra de limón al 2,5 %.**

Uno de los objetivos que llevó a la planificación de este trabajo fue conocer la posibilidad de utilizar fibra para aumentar la viscosidad de determinado tipo de productos que pueden ser sometidos a diferentes temperaturas durante su procesado, almacenamiento y consumo. Desde este punto de vista, se consideró interesante realizar un estudio de la influencia de la temperatura en la viscosidad de las dispersiones de fibra de limón. Para ello se eligió una concentración fija de fibra de limón del 2,5 % que fue mezclada con la disolución de sacarosa de 45 °Brix utilizando un Ultraturrax para la dispersión, llevada a cabo a 25 °C durante 7 min, tal y como se ha descrito en la metodología (apartado **II.2.2.1**).

La **Figura 2.8**. muestra como al disminuir la temperatura, la curva de flujo se desplaza hacia arriba, es decir, los valores de esfuerzo y por consiguiente los de viscosidad van siendo mayores. Todas las curvas obtenidas fueron ajustadas al modelo HB, con excepción de la de 50°C en la que el umbral de fluencia no fue significativo y se utilizó la LP para el ajuste de los valores experimentales. La **Tabla 2.4** muestra el valor de los parámetros obtenidos. En esta tabla puede observarse, en general, para las muestras caracterizadas entre 10 y 40°C una disminución de  $\sigma_0$ ,  $k$  y  $n$  al aumentar la temperatura. No obstante esta disminución sólo fue significativa, según el ANOVA realizado en lo que respecta a  $\sigma_0$  y  $n$  obteniéndose del análisis los grupos homogéneos reflejados en la **Tabla 2.4**. La mayor movilidad de las partículas a medida que aumenta la temperatura puede contribuir a disminuir la energía necesaria para conseguir el flujo y, por lo tanto a disminuir  $\sigma_0$ , hasta que a 50 °C llega a no observarse.



**Figura 2.8. Reogramas medios obtenidos para la dispersión de fibra de limón al 2,5% a 10°C (◆), 20°C(▲), 25°C(●), 30°C(—), 40°C(×) y 50°C(+).**

**Tabla 2.4. Parámetros valor medio y desviación estándar (DE) de los parámetros del modelo de Herschel-Bulkley o Ley de Potencia ajustado a los reogramas experimentales de la fibra de limón obtenidos a diferentes temperaturas (T).**

T (°C)	$\sigma_0$ (Pa)		k (Pas <sup>n</sup> )		n		Ajuste	
	Media	DE	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
10	14 (a)	2	7,8 (a)	1,1	0,49 (a)	0,03	0,93120	99,76
20	12 (a)(b)	2	6, 7(a)	1,1	0,48 (b)	0,03	0,87630	99,67
25	9 (b)	2	7,2 (a)	1,3	0,44 (b)	0,03	0,86783	99,60
30	8 (b)	3	7,2 (a)	1,9	0,43 (c)	0,05	1,19823	99,11
40	9 (b)	3	5,6 (a)	1,4	0,44 (b)	0,05	0,96784	99,18
50	n.s.		10,7	0,5	0,333	0,012	1,13909	98,84

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación

Para conocer en qué medida el cambio de temperatura afecta a la viscosidad de las dispersiones de fibra, se utilizaron los modelos ajustados a los datos experimentales para calcular la viscosidad, según la (ec.2.5), a dos gradientes de velocidad: 1 y 100 s<sup>-1</sup>.

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (\text{Ec. 2.5})$$

Los valores de viscosidad obtenidos se muestran en la **Fig. 2.9** en función de la temperatura (°C), en la que parece observarse una relación exponencial de tipo Arrhenius (ec.2.6). Con el fin de confirmar esta relación, se procedió a la linealización de los datos tomando logaritmos (ec. 2.7) y al ajuste lineal de  $\ln \eta$  vs.  $1/T$ .

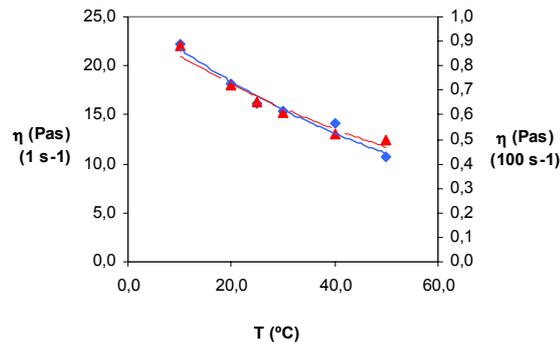
$$\eta = A \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (\text{Ec.2.6})$$

donde  $\eta$ =viscosidad,  $A$ =constante,  $E_a$ =energía de activación,  $R$ =constante de los gases y  $T$ = temperatura.

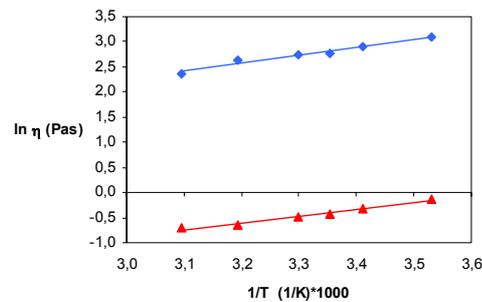
$$\ln \eta = \ln A + \frac{E_a}{RT} \quad (\text{Ec.2.7})$$

La **Figura 2.10.** muestra la relación entre  $\ln \eta$  y el inverso de la temperatura ( $1/T$ ) y las ec. 2.8 y 2.9 las correspondientes ecuaciones lineales ajustadas. A partir de la pendiente, y utilizando un valor de  $R=8,314 \text{ J/K.mol}$ , se calcularon las correspondientes energías de activación, que fueron de  $12,847 \text{ kJ/mol}$  a  $1\text{s}^{-1}$  y  $11,232 \text{ kJ/mol}$  a  $100 \text{ s}^{-1}$ . Estos valores se encuentran dentro de los valores reportados por Grigelmo-Miguel, et al. (1999b) para una fibra dietética de

melocotón a concentraciones de 5 % ( $E_a = 11,7$  a  $14,3$  kJ/mol), 7% ( $E_a = 6,4$  a  $15,1$  kJ/mol) y a un 10% ( $E_a = 10,2$  a  $16,4$  kJ/mol).



**Figura 2.9.** Representación de la viscosidad ( $\eta$ ) en función de la temperatura ( $T$ ) obtenida a  $1\text{s}^{-1}$  ( $\blacklozenge$ ) y  $100\text{s}^{-1}$  ( $\blacktriangle$ ), aplicando la ec. 2.5. y los parámetros del modelo ajustado a las curvas de flujo obtenidas a diferentes temperaturas (Tabla 2.4). La línea corresponde al modelo exponencial (ec.2.6) ajustado a la variación de la viscosidad con la temperatura.



**Figura 2.10.** Variación del  $\ln$  de la viscosidad de la suspensión de fibra de limón al 2,5%, calculada a  $1$  ( $\blacklozenge$ ) y  $100\text{s}^{-1}$  ( $\blacktriangle$ ), frente al inverso de la temperatura  $1/T$ . Las rectas corresponden al modelo lineal ajustado (ec. 2.8 y 2.9).

$$\ln \eta \text{ a } 1\text{s}^{-1} = 1,54 \pm 0,14 (1/T) - 2,4 \pm 0,5 \quad R^2 = 0,9621 \quad (\text{Ec.2.8})$$

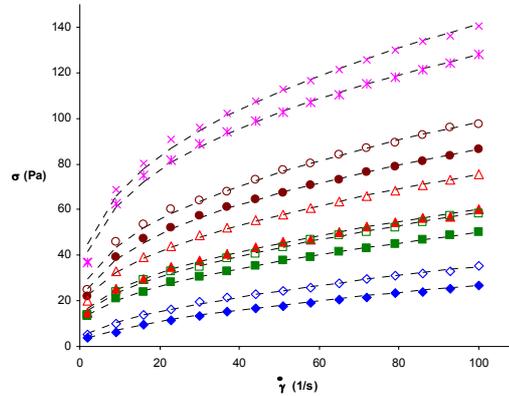
$$\ln \eta \text{ a } 100\text{s}^{-1} = 1,35 \pm 0,12 (1/T) - 4,9 \pm 0,4 \quad R^2 = 0,9632 \quad (\text{Ec.2.9})$$

La  $E_a$  calculada a partir de estas expresiones da idea de en qué medida la variación de la temperatura afecta la variación de la viscosidad. Si la  $E_a$  es alta, el cambio en la viscosidad por efecto de la temperatura es mayor que cuando la  $E_a$  es baja. En este caso, el hecho de que se obtengan valores de  $E_a$  muy similares a los dos gradientes de velocidad quiere decir que la influencia de la temperatura es similar en ambos casos, sin que se note una contribución adicional del gradiente de velocidad generado en la interacción entre partículas responsables del flujo.

### **II.3.3. Estudio del efecto de la concentración y del tiempo de almacenamiento en el comportamiento reológico de suspensiones de fibra de limón, naranja y manzana a 25 °C.**

#### **Suspensiones de fibra de limón.**

Para estudiar el efecto de la concentración y tiempo de almacenamiento, se seleccionó como método de preparación de las dispersiones el uso del Ultraturax durante 7 min y a 25 °C. Como se muestra en la **Figura 2.11.**, donde se representan los reogramas obtenidos para las diferentes concentraciones de fibra de limón a tiempo inicial y después de 20 días de almacenamiento, puede notarse un comportamiento pseudoplástico de las muestras que parece tender hacia un comportamiento más plástico cuando transcurre un tiempo de almacenamiento y cuando aumenta la concentración de la fibra. Así mismo, en ambos casos, las curvas de flujo se desplazan hacia arriba denotando un aumento de la consistencia de las muestras.



**Figura 2.11.** Reograma medio obtenido a 25°C para las dispersiones de fibra de limón al 2,0% ( $t_0$  ◆,  $t_{20}$  ◇); 2,25% ( $t_0$  ■,  $t_{20}$  □); 2,5% ( $t_0$  ▲,  $t_{20}$  △); 2,75% ( $t_0$  ●,  $t_{20}$  ○) y 3,0% ( $t_0$  \*,  $t_{20}$  ×).  $t_0$ : a las 24 h de su preparación;  $t_{20}$ : a los 20 días de almacenamiento. Las líneas corresponden al modelo de Herschel-Bulkley ajustado.

Al igual que en el apartado anterior, y a la vista de la forma de las curvas, se ajustó el modelo de Herschel-Bulkley que en este caso dio siempre un umbral de fluencia significativo. La **Tabla 2.5** muestra el valor de los parámetros obtenidos para todas las muestras. Esta misma tabla pone de manifiesto la bondad de los ajustes, con valores bajos del error estándar de la estima y altos del coeficiente de correlación. Así mismo, en la **Figura 2.11.** puede observarse como el modelo ajustado reproduce el comportamiento experimental. De nuevo la comparación de los valores de los parámetros de la muestra al 2,5 % de la **Tabla 2.5** con los de la muestra  $U_{25.7}$  de la serie 1 (**Tabla 2.2**) y la de la serie 2 preparada en las mismas condiciones (**Tabla 2.3**), pone de manifiesto la reproducibilidad del método de preparación en el comportamiento reológico desarrollado por las mismas.

**Tabla 2.5. Valor medio y desviación estándar (DE) de los parámetros del modelo de Herschel-Bulkley ajustado a los datos de las curvas de flujo obtenidas de las dispersiones de fibra de limón de diferente concentración medidas a las 24 h ( $t_0$ ) de su preparación y a un tiempo de almacenamiento de 20 días ( $t_{20}$ ).**

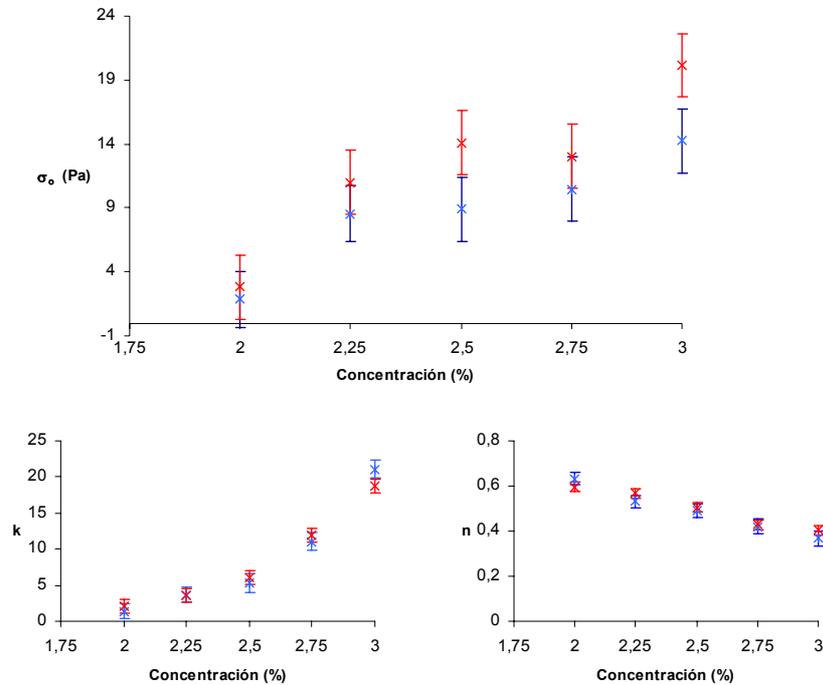
Concentración (%) y tiempo	$\sigma_0$ (Pa)		k(Pas <sup>n</sup> )		n		Ajuste	
	Media	DE	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
2,0 ( $t_0$ )	1,8	0,3	1,41	0,13	0,63	0,02	0,2072	99,91
2,0 ( $t_{20}$ )	2,4	0,7	2,3	0,3	0,58	0,03	0,4191	99,78
2,25( $t_0$ )	8,6	0,3	3,6	0,2	0,53	0,02	0,3822	99,88
2,25( $t_{20}$ )	10,4	1,6	3,8	0,7	0,55	0,04	0,8507	99,56
2,5 ( $t_0$ )	9	2	5,1	1,0	0,50	0,04	0,8870	99,53
2,5( $t_{20}$ )	13	2	6,4	1,1	0,49	0,03	0,9198	99,66
2,75( $t_0$ )	11	3	11	2	0,42	0,03	1,2000	99,56
2,75( $t_{20}$ )	15	5	11	3	0,45	0,05	1,8063	99,22
3,0( $t_0$ )	14	6	21	4	0,37	0,03	1,7540	99,52
3,0( $t_{20}$ )	20	8	19	5	0,40	0,05	2,8057	99,03

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación

Para analizar el efecto de la concentración y del tiempo de almacenamiento en el valor de los parámetros del modelo ajustado se realizó un ANOVA con ambos factores teniendo en cuenta, además, su interacción. El resultado de este ANOVA puso de manifiesto un efecto significativo ( $p < 0.05$ ) de la concentración y del tiempo de almacenamiento en  $\sigma_0$ , sin interacción significativa entre ambos, pero sólo de la concentración en k y n. Al aumentar la concentración, se produce un aumento significativo ( $p < 0.05$ ) del umbral de fluencia y del índice de consistencia y una disminución significativa del índice de comportamiento al flujo, en relación con la mayor viscosidad de la suspensión y su menor carácter Newtoniano. Esta misma relación se ha encontrado en suspensiones de fibra dietética de melocotón (Grigelmo-Miguel, et al., 1999b) y en suplementos nutricionales de fibra de avena de trigo (Mahmoud y Fugitt, 1996).

Con respecto al umbral de fluencia el gráfico de medias con los intervalos LSD (diferencia mínima significativa) al 95 %, obtenido del ANOVA realizado, (**Figura 2.12**), permite identificar como a las 24 h de su preparación, las muestras de menor concentración (2 %) presentan valores significativamente menores que el resto. Lo mismo se observa a los 20 días de almacenamiento aunque en este caso, las muestras al 3 % aparecen en un grupo diferente a las de concentraciones intermedias, con un valor medio de  $\sigma_0$  superior. Por su parte, el efecto del tiempo de almacenamiento en este parámetro sólo resultó significativo a las concentraciones 2,5 y 3 %, si bien al resto de concentraciones, también se observa un aumento de  $\sigma_0$  aunque no llega a ser significativo. Por otra parte, la misma **Figura 2.12.**, muestra como en el caso de  $k$  y  $n$  el efecto de la concentración comentado anteriormente es significativo prácticamente a todos los niveles de la misma, pero los intervalos solapados para cada nivel de concentración a ambos tiempos de almacenamiento confirman la no significación de este último factor en ningún caso. De esta forma, se confirma el efecto del tiempo de almacenamiento en el aumento de la viscosidad de las suspensiones de fibra de limón, comentado ya en capítulo I. Como se comentó, éste efecto podría estar relacionado con un aumento de la solubilización de los componentes presentes en la suspensión.

Para comparar la consistencia de estas muestras con las de otros productos, se pueden citar el trabajo de Guerrero y Alzamora (1998) referido a purés de papaya y mango a los que también se ajustó el modelo HB. Así, a 25 ° C, el umbral de fluencia del puré de papaya ( $a_w = 0,93$ ; 41,9 °Brix, 25°C) fue de  $11,1 \pm 0,2$  Pa y el del puré de mango ( $a_w = 0,93$ ; 41.9 °Brix, 25°C) de  $9,5 \pm 0,6$  Pa, los cuales están dentro del intervalo encontrado en nuestras muestras (entre 1,8 y 14,44 Pa). Para el mismo puré de mango los autores indican un índice de consistencia de  $2,2 \pm 0,6$  Pas<sup>n</sup> y para el de papaya de 0,7 Pas<sup>n</sup>, si bien este último aumenta hasta 15,3 Pas<sup>n</sup> en el puré concentrado hasta 51,2 °Brix (24% de contenido de fruta).



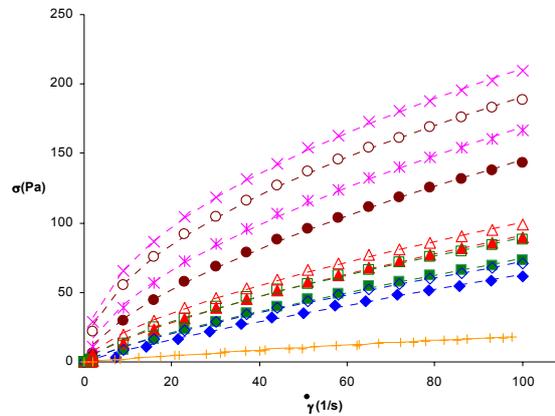
**Figura 2.12.** Valores medios del esfuerzo umbral  $\sigma_0$  (Pa),  $k$ (Pas<sup>n</sup>) y  $n$  correspondientes al ajuste Hershel-Bulkley para las preparaciones de fibra de limón representados con el intervalo LSD al 95% de confianza obtenidos de la caracterización reológica de las muestras a las 24 h ( $t_0 = *$ ) y a los 20 días de almacenamiento ( $t_{20} = \times$ ).

### Suspensiones de fibra naranja.

En el caso de la fibra de naranja al utilizar un 2,0 % de pectina adicional para su preparación, se logró estabilizar la suspensión, evitando la sedimentación de las partículas de fibra, en todos los casos en que se trabajó con niveles de concentración de ésta entre un 3,0% y 5,5%. Lo anterior se pudo optimizar mediante una prueba preliminar con menores niveles de concentración de pectina en donde no fue posible evitar la sedimentación de las partículas de la misma.

Al igual que en el caso de la fibra de limón, a cada una de las concentraciones estudiadas se ha obtenido la curva de flujo después de 24 h y de 20 días de almacenamiento de las suspensiones (**Figura 2.13**). Como se observa en la figura, las suspensiones de fibra de naranja describen un comportamiento pseudoplástico característico, sin que en este caso parezca observarse un umbral de fluencia. En el reograma aparece también la curva de flujo correspondiente a una disolución de pectina al 2% en disolución de sacarosa de 45 ° Brix.

De nuevo, para evaluar el efecto de la concentración y del tiempo de almacenamiento se modelizaron las curvas de flujo. En este caso, al aplicar el modelo HB, por medio de un procedimiento de regresión no-lineal como en el caso de las suspensiones de fibra de limón, no se obtuvieron, en ningún caso, valores del umbral de fluencia estadísticamente significativos al 95% de nivel de probabilidad, por lo que la modelización se llevó a cabo mediante la LP. Este modelo, significativo al 95%, mostró coeficientes de correlación entre 0,9945 y 0,9993 y errores estándar de la estima del esfuerzo cortante entre 2,21 y 1,25 Pa. Los valores tanto del índice de consistencia,  $k$ , como de  $n$ , se muestran en la en la **Tabla 2.6.**, en la que también aparecen los valores de  $k$  y  $n$  de la disolución de pectina al 2 %. En este caso, el intervalo de variación de  $k$  para las suspensiones de fibra de naranja estuvo entre 1,24 y 11,4  $\text{Pas}^n$  en las muestras iniciales y entre 2,0 y 22,9  $\text{Pas}^n$  una vez pasado el periodo de 20 días de almacenamiento. Por su parte, el parámetro  $n$  mostró, en general, una disminución, tanto por, efecto del aumento de concentración como del tiempo de almacenamiento, aunque no sufrió cambios considerables mayores de 0,10 unidades. En la misma **Figura 2.13**. se muestra la curva de flujo predicha por el modelo ajustado.



**Figura 2.13.** Reogramas obtenidos a 25°C para las suspensiones de fibra de naranja al 3,0% ( $t_0$  ◆,  $t_{20}$  ◇), 3,5% ( $t_0$  ■,  $t_{20}$  □) 4,0 % ( $t_0$  ▲,  $t_{20}$  △), 5,0 % ( $t_0$  ●,  $t_{20}$  ○) y 5,5 % ( $t_0$  \*,  $t_{20}$  ×).  $t_0$  : a las 24 h de su preparación;  $t_{20}$  : a los 20 días de almacenamiento. Puntos experimentales y comportamiento predicho por el modelo ajustado. En color naranja aparece el comportamiento mostrado por la disolución de pectina al 2%, sin cambios significativos con el tiempo de almacenamiento.

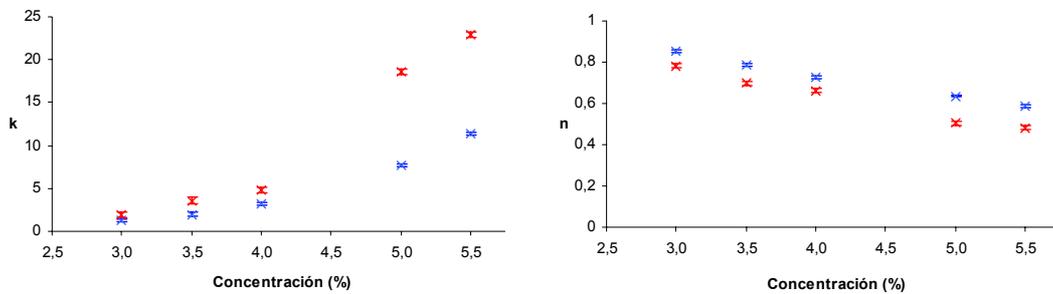
Al igual que con la fibra de limón, se realizó un ANOVA con los factores concentración y tiempo de almacenamiento, que resultó significativo ( $p < 0.05$ ) siendo tanto los valores de  $k$  como los de  $n$  diferentes a todas las concentraciones y para los dos tiempos estudiados. Así mismo, también la interacción fue significativa en este caso, confirmándose que el cambio en  $k$  y  $n$  con el tiempo de almacenamiento es mayor cuanto mayor es la concentración de fibra de naranja. La **Figura 2.14.** muestra los valores medios de los dos parámetros a las diferentes concentraciones y tiempos de almacenamiento junto con el intervalo LSD, obtenidos al 95 % de confianza, que se corresponde con la diferencia mínima significativa. El no solapamiento de los intervalos a ninguna concentración ni tiempo confirma los resultados comentados. En este caso, al no haber umbral de fluencia, el efecto del tiempo de almacenamiento se refleja en un cambio en  $k$  y  $n$ , que estaría también asociado al progreso de la solubilización de componentes de la

fibra, presentes en la de naranja en una importante proporción (**Tabla 1.4., Capítulo I**), y tanto mayor cuanto mayor sea la concentración de fibra en suspensión.

**Tabla 2.6. Valor medio y desviación estándar (DE) de los parámetros del modelo de la Ley de la Potencia ajustado a los datos de las curvas de flujo obtenidas de las dispersiones de fibra de naranja de diferente concentración y para la de pectina al 2%, medidas a las 24 h ( $t_0$ ) de su preparación y a un tiempo de almacenamiento de 20 días ( $t_{20}$ ).**

Concentración (%) y tiempo	k(Pas <sup>n</sup> )		n		Ajuste	
	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
3,0 ( $t_0$ )	1,24	0,12	0,85	0,02	1,2445	99,61
3,0 ( $t_{20}$ )	2,0	0,2	0,78	0,02	1,4949	99,54
3,5 ( $t_0$ )	2,0	0,2	0,79	0,02	1,4463	99,60
3,5 ( $t_{20}$ )	3,6	0,3	0,70	0,02	1,9634	99,45
4,0 ( $t_0$ )	3,2	0,3	0,73	0,02	1,7835	99,57
4,0 ( $t_{20}$ )	5,0	0,2	0,652	0,011	1,3105	99,79
5,0 ( $t_0$ )	7,7	0,4	0,636	0,012	1,9687	99,77
5,0 ( $t_{20}$ )	18,6	0,5	0,505	0,006	1,6374	99,89
5,5 ( $t_0$ )	11,4	0,5	0,370	0,010	2,2131	99,78
5,5 ( $t_{20}$ )	22,9	0,4	0,482	0,004	1,4131	99,93
Pectina (2,0%)						
( $t_0$ )	0,302	0,014	0,893	0,011	0,2432	99,81
( $t_{20}$ )	0,322	0,015	0,885	0,012	0,2473	99,81

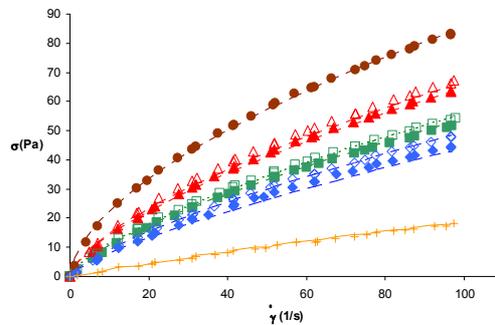
EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación



**Figura 2.14.** Valores medios de  $k$  ( $\text{Pas}^n$ ) y  $n$  e intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% de confianza para las preparaciones de fibra de naranja de diferente concentración a las (24 h) ( $t_0 = \times$ ) y a los 20 días de almacenamiento ( $t_{20} = \times$ ).

#### Suspensiones de fibra de manzana.

En lo que a las preparaciones de fibra de manzana se refiere, también la utilización de un 2,0% de pectina ayudó a mantener una suspensión estable con el tiempo, sin que se presentaran problemas de sedimentación. En la **Figura 2.15** se presentan las curvas de flujo obtenidas, que muestran un carácter pseudoplástico a las diferentes concentraciones de fibra, además de la curva correspondiente a la disolución de pectina al 2,0%. Al igual que ocurrió con la fibra de naranja, en este caso el mejor modelo fue la Ley de Potencia. Los coeficientes de correlación para este modelo estuvieron entre 0,9983 y 0,9992, con un error estándar en la estima del esfuerzo cortante entre 0,3907 y 0,8150 Pa. El comportamiento predicho por el modelo ajustado se muestra también en la **Figura 2.15**.



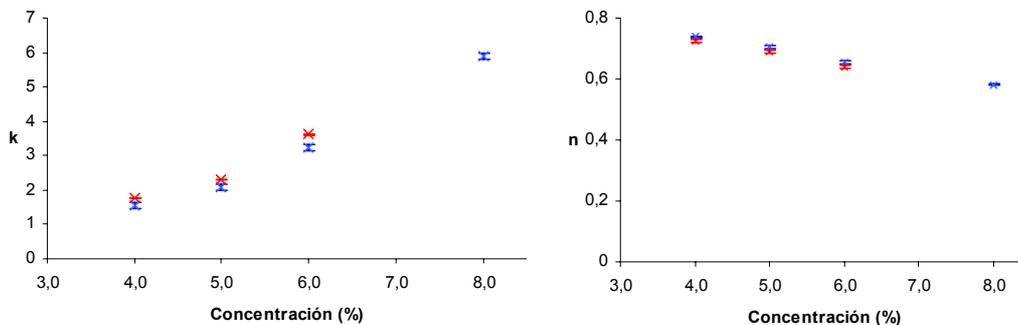
**Figura 2.15.** Reogramas obtenidos a 25 °C para las suspensiones de fibra de manzana al 4,0% ( $t_0$  ◆,  $t_{20}$  ◇), 5,0% ( $t_0$  ■,  $t_{20}$  □) 6,0% ( $t_0$  ▲,  $t_{20}$  △) y 8,0% ( $t_0$  ●) a las 24 h de su preparación y después de 20 días de almacenamiento. Puntos experimentales y comportamiento predicho por el modelo ajustado. En color naranja aparece el comportamiento mostrado por la disolución de pectina al 2%, sin cambios significativos con el tiempo de almacenamiento.

Los parámetros del modelo ajustado en este caso, a ambos tiempos de medición, a las 24h y a los 20 días después de su almacenamiento, y para todas las concentraciones se muestran en la **Tabla 2.7** junto con los valores correspondientes a la disolución de pectina al 2 %. De nuevo, el estudio del efecto de ambos factores se ha realizado a través de un ANOVA multifactor. Al igual que ocurrió en la fibra de naranja, se observó un efecto significativo tanto de la concentración como del tiempo de almacenamiento en el aumento de  $k$  y en la disminución de  $n$ , que cambian de forma más acusada al aumentar la concentración. Esta información se deduce de la **Figura 2.16**. De nuevo el efecto del tiempo se puede asociar a la presencia de una importante proporción de sólidos solubles en la fibra de manzana.

**Tabla 2.7. Valor medio y desviación estándar (DE) de los parámetros del modelo de la Ley de la Potencia ajustado a los datos de las curvas de flujo obtenidas de las dispersiones de fibra de manzana de diferente concentración medidas a las 24 h ( $t_0$ ) de su preparación y a un tiempo de almacenamiento de 20 días ( $t_{20}$ )**

Concentración (%) y tiempo	Modelo					
	k(Pas <sup>n</sup> )		n		Ajuste	
	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
4,0( $t_0$ )	1,42	0,04	0,746	0,006	0,3907	99,91
4,0 ( $t_{20}$ )	1,75	0,04	0,725	0,006	0,4151	99,92
5,0 ( $t_0$ )	2,15	0,06	0,700	0,006	0,5141	99,89
5,0( $t_{20}$ )	2,24	0,07	0,698	0,007	0,6123	99,86
6,0 ( $t_0$ )	3,11	0,08	0,660	0,006	0,5904	99,90
6,0( $t_{20}$ )	3,29	0,10	0,654	0,007	0,7688	99,83
8,0( $t_0$ )	5,88	0,14	0,582	0,006	0,8150	99,88
Pectina (2,0%)						
( $t_0$ )	0,302	0,014	0,893	0,011	0,2432	99,81
( $t_{20}$ )	0,322	0,015	0,885	0,011	0,2473	99,81

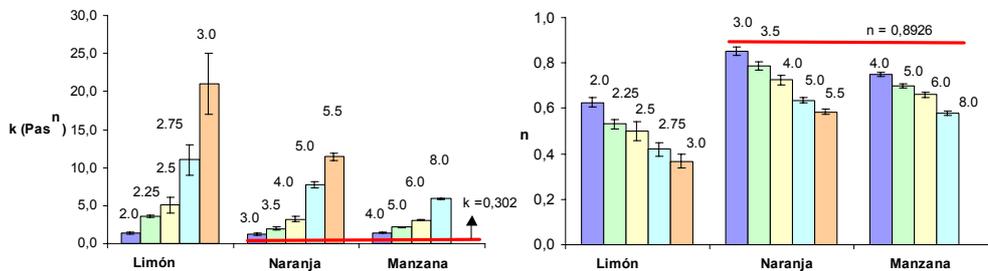
EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación.



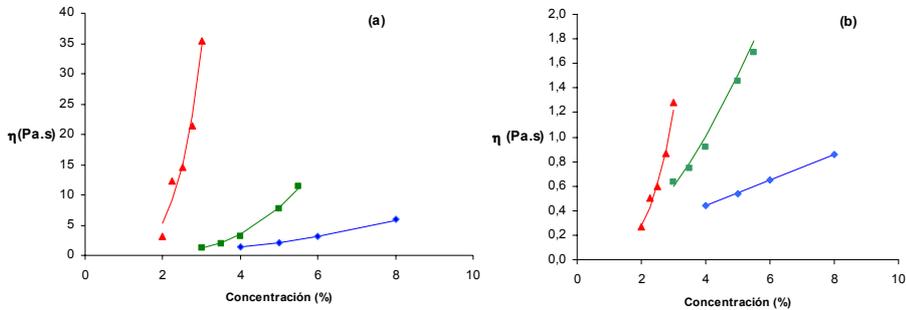
**Figura 2.16. Valores medios de k (Pas<sup>n</sup>) y n e intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% de confianza correspondientes a las preparaciones de fibra de manzana de diferente concentración a las (24 h) ( $t_0$  = ×) y a los 20 días de almacenamiento ( $t_{20}$  = ×).**

### Comparación del comportamiento reológico de las tres fibras estudiadas.

Con el fin de comparar de una mejor forma el comportamiento al flujo de los tres tipos de suspensión de fibra se elaboró la **Figura 2.17**. en la que se comparan los valores de los parámetros del modelo ajustado en cada caso a las 24 h de la preparación de las muestras. Así mismo, para conocer el cambio de viscosidad que se consigue al variar el tipo de fibra utilizado y su concentración, se calculó el valor de esta propiedad a dos gradientes de velocidad extremos de los utilizados para la obtención de la curva de flujo: 1 y 100  $s^{-1}$ . Para ello se utilizó la ec.2.5 , en la que el valor de  $\sigma$  se calculó a partir de los parámetros del modelo ajustado en cada caso (**Tablas 2.5, 2.6 y 2.7**). La **Figura 2.18**. muestra los resultados obtenidos.



**Figura 2.17.** Valores de  $k$  y  $n$  para los tres tipos de fibra estudiadas y según el modelo que mostró el mejor ajuste, (HB en el caso de las preparaciones de limón y LP en el caso de las preparaciones de naranja y manzana). La línea roja representa los valores correspondientes a la disolución de pectina al 2%.



**Figura 2.18.** Valores de viscosidad a gradientes de velocidad  $1 \text{ s}^{-1}$  (a) y  $100 \text{ s}^{-1}$  (b) para las muestras de fibra de limón (▲), naranja (■) y manzana (◆) a diferentes niveles de concentración. Las líneas representan el comportamiento predicho por el modelo potencial ajustado de la Tabla 2.9

Como puede observarse en las Figuras 2.17. y 2.18. , las suspensiones con fibra de limón fueron las que mostraron mayores valores del índice de consistencia y menores de  $n$ , y por lo tanto mayor viscosidad, a pesar de ser las que se formularon con menor concentración de fibra añadida y sin pectina. Este comportamiento podría ser consecuencia de una mayor tamaño molecular promedio de los sólidos solubles e insolubles presentes en esta fibra. En este sentido, hay que recordar la presencia de partículas fibrosas características de la fibra de limón que prácticamente no se observan en las otras dos. Por su parte, la menor consistencia se alcanzó en las suspensiones de fibra de manzana, que fueron también las que mostraron un mayor contenido de sólidos solubles. En concreto, en la Figura 2.18 puede observarse como a un gradiente de velocidad de  $1 \text{ s}^{-1}$  se alcanzaron valores máximos de viscosidad en las suspensiones de fibra de limón preparadas del orden de 40 Pas, mientras que las otras dos fibras llegaron a máximos de viscosidad de aproximadamente 10 Pas. En el caso de  $100 \text{ s}^{-1}$ , las diferencias fueron menores, consiguiéndose alcanzar viscosidades entre 0,2 y 1,8 Pas con los tres tipos de fibra a los diferentes niveles de concentración estudiados. Desde este punto de vista, es de destacar la bondad de la fibra de limón para actuar

como estabilizante ante los fenómenos de sedimentación o cremado que ocurren en muchos productos cuando se encuentran en reposo durante su almacenamiento.

Así mismo, en la **Figura 2.18** se observa como, a bajos gradientes de velocidad, con pequeñas variaciones en la concentración de fibra de limón se consiguen grandes variaciones de viscosidad, lo que no ocurre con las otras dos fibras. A gradientes de velocidad altos también es mayor el cambio de viscosidad alcanzado con la fibra de limón, aunque en ese caso las diferencias entre fibras son menores. Desde este punto de vista, podría recomendarse el uso de la fibra de limón cuando se trabaje a bajos gradientes de velocidad si se requieren valores de viscosidad altos, lo que permitirá recurrir a concentraciones de fibra relativamente bajas. No obstante, si se trabaja a altos gradientes de velocidad y se desean viscosidades bajas, el uso de las otras dos fibras, sobre todo la de manzana, permitirá un mejor control de este parámetro aunque aplicada a mayor concentración.

Con el fin de modelizar la variación de la viscosidad con la concentración dentro del intervalo ensayado en este trabajo, se buscó el mejor tipo de relación entre ambas variables, probando con modelos potenciales y exponenciales. Diferentes autores, entre ellos Grigelmo-Miguel et al. (1999b), han señalado la posibilidad de utilizar modelos exponenciales y potenciales para describir las relaciones entre la viscosidad y la concentración. Así, Khalil, et al. (1989), Rao et al. (1981), Vitali y Rao (1982), y Saravacos (1970), observaron una relación potencial al trabajar con jugos concentrados de plátano, concentrados de tomate, purés de guayaba y jugos de manzana, respectivamente, productos todos ellos newtonianos o pseudoplásticos. No obstante, en el caso de jugos clarificados libres de pectina y suspensiones de pulpa de melocotón (Ibarz, 1992), grosella negra (Ibarz et al., 1992), naranja (Ibarz, 1994) y mango (Singh y Eipeson, 2000), que

presentan comportamientos Newtonianos, la relación entre la concentración y la viscosidad ha sido descrita mejor por medio de un ajuste exponencial.

En el caso de las fibras estudiadas en este trabajo, el mejor ajuste se obtuvo a partir del modelo potencial descrito en la ecuación 2.10, en la que A y b se corresponden con las constantes del modelo y C coincide con la concentración de fibra de limón, naranja o manzana expresado en g fibra/100g dispersión.

En la **Tabla 2.8.** se presentan las constantes correspondientes al modelo potencial ajustado y en la Figura 2.18 el comportamiento predicho por dicho modelo.

$$\eta = AC^b \quad (\text{Ec. 2.10})$$

**Tabla 2.8. Valor medio y desviación estándar (DE) de las constantes obtenidas del modelo potencial ( $\eta = AC^b$ ) ajustado a la variación de la viscosidad ( $\eta$ ) a 1 y 100 s<sup>-1</sup> con la concentración (C) de fibra.**

Fibra	Parámetros a 1s <sup>-1</sup>				Ajuste	
	A		b		Modelo	
	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
Limón	<b>0,20</b>	<b>0,13</b>	<b>4,7</b>	<b>0,6</b>	<b>2,4212</b>	<b>95,94</b>
Naranja	<b>0,022</b>	<b>0,006</b>	<b>3,65</b>	<b>0,14</b>	<b>0,2337</b>	<b>99,71</b>
Manzana	<b>0,070</b>	<b>0,007</b>	<b>2,13</b>	<b>0,05</b>	<b>0,0739</b>	<b>99,86</b>
Fibra	Parámetros a 100s <sup>-1</sup>				Ajuste	
	A		b		Modelo	
	Media	DE	Media	DE	EEE	R <sup>2</sup>
Limón	<b>0,021</b>	<b>0,007</b>	<b>3,7</b>	<b>0,3</b>	<b>0,0542</b>	<b>98,03</b>
Naranja	<b>0,083</b>	<b>0,012</b>	<b>1,8</b>	<b>0,1</b>	<b>0,0441</b>	<b>99,09</b>
Manzana	<b>0,115</b>	<b>0,002</b>	<b>0,967</b>	<b>0,010</b>	<b>0,00329</b>	<b>99,96</b>

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación

El modelo ajustado permite conocer la concentración necesaria de cada fibra para alcanzar una determinada viscosidad a los gradientes de velocidad

seleccionados. Como ejemplo, se ha calculado la concentración que permite formular suspensiones de viscosidad 0,5; 1, 5 y 10 Pas. Para ello se ha seleccionado, en cada caso, el gradiente de velocidad que proporcionó valores de viscosidad de ese orden, a fin de no utilizar los modelos para extrapolar resultados. De esta forma, para calcular las concentraciones con las que conseguir suspensiones con una viscosidad de 0,5 y 1 Pas se ha utilizado el modelo ajustado a la viscosidad calculada a  $100 \text{ s}^{-1}$ , mientras que para 5 y 10 Pas se ha utilizado el de  $1 \text{ s}^{-1}$  (**Figura 2.18**). Los resultados obtenidos se muestran en la **Tabla 2.9**. Esto confirma el mayor poder espesante ya comentado de la fibra de limón pero también la mayor dificultad que presenta el control de la misma en este caso, dado que variaciones muy pequeñas de su concentración dan lugar a cambios importantes de la viscosidad de la suspensión.

**Tabla 2.9. Concentraciones obtenidas de acuerdo al nivel de viscosidad (Pas) y al gradiente de velocidad ( $1$  o  $100\text{s}^{-1}$ ) utilizado en el modelo potencial que describe las relaciones entre la concentración y la viscosidad de las fibras de limón, naranja y manzana, mostrados en la Tabla 2.9.**

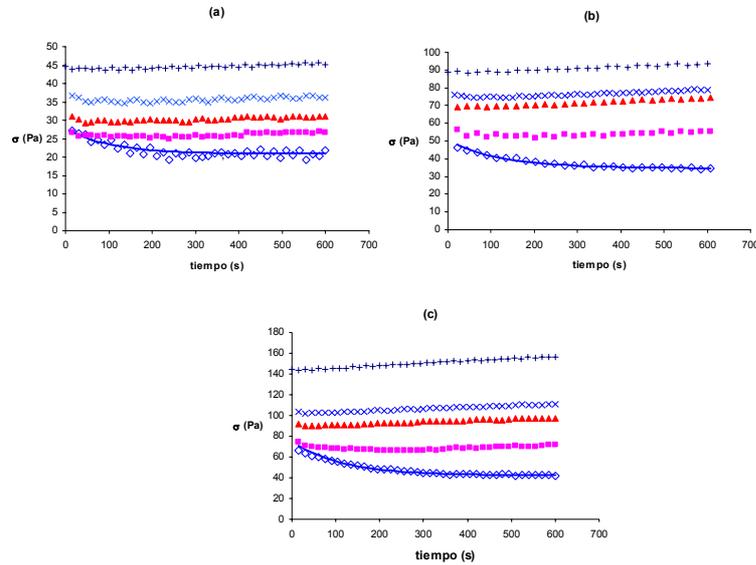
$\dot{\gamma}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\eta$ (Pas)	Limón (g/100g)	Naranja (g/100g)	Manzana (g/100g)
100	0,5	2,4	2,7	4,6
100	1,0	2,8	4,0	9,4
1	5,0	2,0	4,4	7,4
1	10	2,3	5,3	10,3

#### **II.3.4. Estudio de la influencia del tiempo de cizalla en el comportamiento reológico de las suspensiones de fibra de limón, naranja y manzana a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ .**

##### **Suspensiones de fibra de limón.**

En la **Figura 2.19** se muestra el resultado del estudio realizado para analizar el efecto del tiempo de cizalla en el comportamiento reológico de las preparaciones

de fibra de limón a tres niveles de concentración: 2,0% (a), 2,5% (b) y 3,0% (c) y a diferentes gradientes de velocidad (5, 10, 30, 50 y 100 s<sup>-1</sup>). Sólo al aplicar el gradiente de velocidad más bajo, 5s<sup>-1</sup>, se observa una disminución del esfuerzo con el tiempo hasta alcanzarse un valor de equilibrio. Este fenómeno parece ser más acusado al nivel de concentración más alto (3,0 %), por lo que dicho nivel fue utilizado en una etapa posterior para evaluar el fenómeno de histéresis a partir del reograma obtenido aplicando barridos ascendentes y descendentes de gradiente de velocidad. El efecto del tiempo en el comportamiento reológico está relacionado con un cambio progresivo de la estructura del producto. En este caso, probablemente se deba a la orientación progresiva de las partículas fibrosas presentes en la fibra de limón (**apartado I.3.2 del Capítulo I**) en el sentido del flujo, lo que conlleva una disminución de la viscosidad del sistema con tiempo de cizalla. Este es el comportamiento típico de los productos tixotrópicos. Cuando todas las partículas se han orientado, entonces ya no hay más cambios de estructura ni por lo tanto de viscosidad, por lo que el efecto del tiempo deja de notarse. El hecho de que este efecto no se observe a gradientes de velocidad altos quiere decir que por encima de 5 s<sup>-1</sup> lo que ocurre es una orientación instantánea de las partículas.

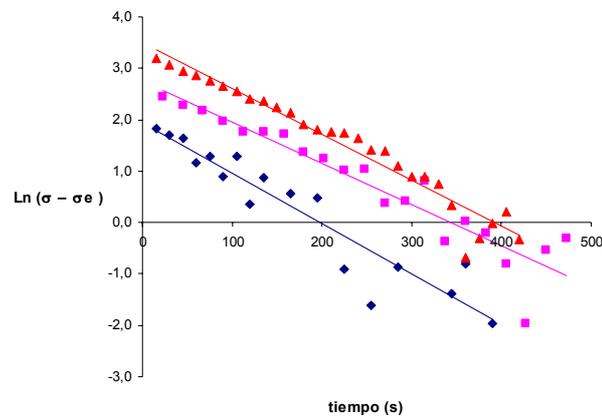


**Figura 2.19.** Variación del esfuerzo cortante medido en las preparaciones de fibra de limón a 2,0% (a), 2,5% (b), y 3,0% (c) con el tiempo de aplicación a los gradientes de velocidad de  $5\text{ s}^{-1}$  ( $\diamond$ ),  $10\text{ s}^{-1}$  ( $\blacksquare$ ),  $30\text{ s}^{-1}$  ( $\blacktriangle$ ),  $50\text{ s}^{-1}$  ( $\times$ ) y  $100\text{ s}^{-1}$  ( $+$ ).

A los datos de variación de  $\sigma$  con el tiempo obtenidos a  $5\text{ s}^{-1}$  se les aplicó el modelo empírico de Hahn (ec.2.4) (Hahn et al., 1959), mencionado en la introducción a este capítulo, utilizando como valor de esfuerzo de equilibrio ( $\sigma_e$ ) el valor medio del esfuerzo medido en el periodo de tiempo entre 400 y 600 s a la concentración del 2,0% ( $\sigma_e = 20,88\text{ Pa}$ ) y entre 500 y 600s-1 para 2,5% ( $\sigma_e = 34,64\text{ Pa}$ ) y 3,0% ( $\sigma_e = 42,49\text{ Pa}$ ). Algunos valores de  $\sigma_e$  encontrados en estudios similares son los que proporcionan Alonso et al., (1995) en un trabajo realizado con papilla para niño, en el que aparecen valores de esfuerzo en el equilibrio de 31 y 45,5 Pa para papillas de vegetales y fruta, respectivamente.

La **Figura 2.20** muestra el resultado del ajuste del modelo de Hahn y la **Tabla 2.10**. los parámetros del modelo. En este modelo,  $p$  está relacionado con el

esfuerzo necesario para iniciar la degradación estructural y a está relacionado con la velocidad a la que ocurre ruptura de la estructura.



**Figura 2.20.** Ajuste del modelo de Hahn [ $\ln(\sigma - \sigma_e) = p - at$ ] a los datos experimentales mostrados en la Figura 2.19 para un gradiente de velocidad constante de  $5 \text{ s}^{-1}$  correspondientes a las suspensiones de fibra de limón a 2,0% (◆), 2,5% (■) y 3,0% (▲).

**Tabla 2.10** Valores medios y desviación estándar (DE) de los parámetros del modelo empírico de Hahn ajustado a los valores de esfuerzo obtenidos a un gradiente de velocidad constante de  $5 \text{ s}^{-1}$  durante un tiempo máximo de 600s.

Parámetro	2,0%		2,5%		3,0%	
	Media	DE	Media	DE	Media	DE
$p(\text{Pa})$	1,9	0,2	2,7	0,2	3,49	0,10
$a(\text{s}^{-1})$	0,0097	0,0009	0,0080	0,0006	0,0089	0,0004
$R^2$	0,8852		0,8878		0,9474	
EEE*	0,4386		0,4066		0,2632	

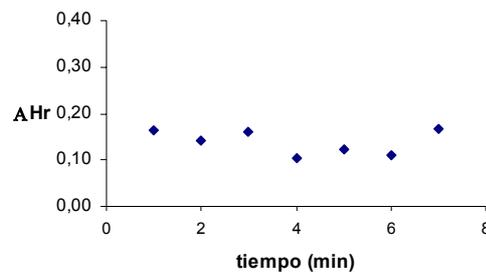
\*EEE = Error Estándar de Estimación;  $R^2$ : coeficiente de determinación.

Como puede observarse en la **Tabla 2.9**, el aumento de  $p$  con la concentración reflejaría una mayor resistencia o esfuerzo necesarios para dar inicio a la degradación estructural conforme aumenta la concentración, al mismo tiempo que dicha degradación ocurrió más lentamente. Los valores obtenidos para estas muestras son del orden de las encontradas para productos similares. Así, Alonso et al. (1995), encuentran en papillas para niño valores máximos de  $p$  de 1,93 Pa similar al obtenido para la preparación de fibra de limón en su nivel mínimo (2,0%). Sin embargo, la velocidad de rotura de la estructura de la fibra de limón es menor que la de los productos comerciales para niño evaluados por Alonso et al. (1995), los cuales presentaron velocidades entre  $0,019 \text{ s}^{-1}$  para los de fruta y de  $0,031 \text{ s}^{-1}$  para los productos de carne. Todavía son superiores las velocidades de ruptura obtenidas por Paredes et al. (1988), para productos aderezos de ensaladas que tuvieron un valor máximo del parámetro  $a$  entre  $0,13$  y  $0,14 \text{ s}^{-1}$  a  $2^\circ\text{C}$ .

Como se ha comentado anteriormente, el estudio del efecto del efecto del tiempo se abordó también a partir del análisis de la evolución de las áreas de histéresis de las curvas de flujo obtenidas con la suspensión de fibra de limón al 3 % aplicando barridos ascendentes y descendentes de gradiente velocidad desde 0 hasta  $10 \text{ s}^{-1}$  con intervalos de tiempo entre ambos variable entre 1 y 7 min, según se ha descrito en el apartado **II.2.2.3** de material y métodos de este capítulo. Para el estudio se obtuvo el área encerrada debajo de ambas curvas y se calculó el área de histéresis relativa (**AHr**) según la ecuación (2.13). El intervalo de gradientes de velocidad seleccionado fue aquél en el que la experiencia anterior mostró efecto del tiempo. En este sentido, el barrido se prolongó hasta  $10 \text{ s}^{-1}$ , ya que de la experiencia anterior se tuvieron datos a 5 y  $10 \text{ s}^{-1}$  pero no entre ambos.

$$\text{AHr} = \frac{\text{Área}(\text{ascenso}) - \text{Área}(\text{descenso})}{\text{Área}(\text{ascenso})} \quad (\text{Ec.2.13})$$

La variación de **AHr** en función del tiempo de aplicación de un gradiente de velocidad constante de  $10 \text{ s}^{-1}$  se muestra en la **Figura 2.21**. No se observa un aumento de **AHr** con el tiempo de cizalla, como sería de esperar en un producto tixotrópico, sino que permanece constante con valores entre un 10 y 15 % de histéresis. Este resultado estaría indicando que al gradiente de velocidad ensayado, el cambio en la orientación estructural de la fibra ocurre a tiempos inferiores a los seleccionados para el estudio. En este sentido, para estudiar esta variación de **AHr** hubiera sido mejor o aplicar barridos de gradiente de velocidad sólo hasta  $5 \text{ s}^{-1}$ .



**Figura 2.21. Cambio del área relativa de histéresis (AHr) calculada a partir de las curvas de flujo obtenidas con la suspensión de fibra de limón al 3 % aplicando barridos ascendentes y descendentes de gradiente de velocidad entre  $0$  y  $10 \text{ s}^{-1}$  y manteniendo entre ambos a la muestra a  $10 \text{ s}^{-1}$  durante periodos diferentes de tiempo.**

#### **Suspensiones de fibra de naranja y de manzana.**

En el caso de las preparaciones de fibra de naranja y manzana el efecto del tiempo se evaluó sólo al nivel de concentración más alto, 5,5 y 8,0 %, respectivamente. Las **Figuras 2.22 y 2.23** muestran la variación de  $\sigma$  con el tiempo en ambos casos. Para ninguna de estas dos fibras se observó una disminución del

esfuerzo con el tiempo a ninguno de los gradientes de velocidad, por lo que se puede asumir que las suspensiones de fibra de naranja y manzana tienen un comportamiento reológico independiente del tiempo, asociado con una reordenación estructural instantánea de las partículas presentes en este sistema al inducir el flujo. En este caso, las partículas esféricas que conforman estas fibras, no sufrirían una deformación progresiva con el flujo. En relación con esto, otros autores (Lozano e Ibarz, 1994) han descrito un efecto significativo del tiempo en el comportamiento reológico del puré de melocotón pero no en el de ciruela. Según estos autores, la diferencia podría estar relacionada con la microestructura de las suspensiones, de manera que el melocotón muestra una estructura fibrosa heterogénea mientras que la ciruela presenta una distribución regular de partículas prácticamente esféricas. En este sentido, estas estructuras serían más parecidas a las de la fibra de limón, en el primer caso, y a la de naranja y manzana en el segundo, observándose así en nuestro trabajo un efecto del tiempo dependiente de la estructura similar al observado por Lozano e Ibarz (1994).

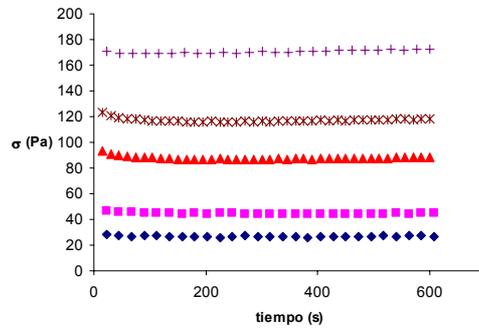


Figura 2.22. Variación del esfuerzo cortante medido en las preparaciones de fibra de naranja al 5,5% con el tiempo de aplicación a los gradientes de velocidad de  $5s^{-1}$  ( $\blacklozenge$ ),  $10s^{-1}$  ( $\blacksquare$ ),  $30s^{-1}$  ( $\blacktriangle$ ),  $50s^{-1}$  ( $\ast$ ) y  $100s^{-1}$  ( $\plus$ ).

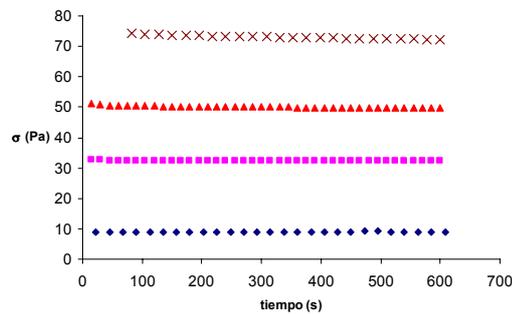


Figura 2.23. Variación del esfuerzo cortante medido en las preparaciones de fibra de manzana al 8,0% con el tiempo de aplicación a los gradientes de velocidad de  $5s^{-1}$  ( $\blacklozenge$ ),  $30s^{-1}$  ( $\blacksquare$ ),  $50s^{-1}$  ( $\blacktriangle$ ), y  $100s^{-1}$  ( $\ast$ ).

#### II.4. CONCLUSIONES.

1. El método de preparación de las suspensiones de fibra de limón influye en el comportamiento al flujo mostrado por las mismas, que puede ser descrito por el modelo de Herschel-Bulkley o por la ley de Potencia según los casos. Así la utilización del Ultraturrax para la homogeneización de la muestra durante la preparación que supone la aplicación de velocidades de agitación de 8000 rpm, comporta el desarrollo de un carácter plástico en el producto que no se observa cuando se mezcla utilizando un agitador de tipo Heidoph a 300 rpm. Además, el aumento de la temperatura y del tiempo de agitación suponen un aumento del índice de consistencia y una disminución del índice de comportamiento al flujo, de manera que puede desarrollarse la misma viscosidad de las suspensiones de fibra de limón homogeneizando durante más tiempo, o preparando la suspensión a mayor temperatura. El efecto de estas variables puede estar relacionado con un efecto mecánico de rotura de las partículas fibrosas y de disgregación de las partículas globulares que confirman la estructura de la fibra de limón, que permitiría una mayor interacción de los componentes solubles con el agua y un incremento del número de partículas insolubles, fenómenos ambos que contribuirían a un aumento de la viscosidad. Estos efectos se ven más favorecidos cuanto mayor es la intensidad de la agitación, el tiempo empleado en la misma o la temperatura de mezcla.
2. Si durante la preparación de las muestras no se consigue la máxima solubilización de los componentes, lo que en este estudio sólo parece conseguirse cuando se homogeniza con el Ultraturrax a 8000 rpm durante 10 min a 60°C, ésta va aumentando progresivamente durante el almacenamiento. Este aumento en la solubilización se traduce fundamentalmente en un aumento del umbral de fluencia de las muestras.

Es importante tener esto en cuenta si se desea preparar formulaciones estables.

3. El aumento de la temperatura supone una disminución de la viscosidad de las suspensiones de fibra de limón que sigue una función exponencial de tipo Arrhenius. Este cambio en la viscosidad se reflejó en una disminución significativa del umbral de fluencia hasta el punto de que a 50°C éste ya no fue significativo en el modelo reológico empleado. La influencia de la temperatura en la viscosidad calculada a 1 y 100s<sup>-1</sup> medida a través de la energía de activación obtenida del ajuste de la ecuación de Arrhenius ( $E_a$  12,8 y 11,2 kJ/mol, respectivamente), fue muy similar en ambos casos, lo que refleja que las fuerzas de interacción entre las partículas macromoleculares a ambas velocidades fueron similares.
4. Las curvas de flujo de las suspensiones de fibra de limón de diferente concentración y a los dos tiempos de almacenamiento estudiados siguieron el comportamiento descrito por el modelo de Hershel-Bulkley, mientras que los de naranja y manzana siguieron la ley de potencia. Durante el almacenamiento se observó un aumento del umbral de fluencia de la primera y un aumento del índice de consistencia de las otras dos. La presencia del umbral de fluencia podría estar asociado a los sólidos insolubles de estructura fibrosa que caracterizan a la fibra de limón. El aumento de la viscosidad que ocurre durante el almacenamiento podría ser consecuencia de la progresiva solubilización de componentes, lo que justificaría el aumento de  $k$  en las fibras de naranja y manzana y de  $\sigma_0$  en la de limón, como consecuencia de que se dificulte la movilidad de los sólidos insolubles.

5. La variación de la viscosidad con la concentración siguió un modelo potencial en los tres casos. No obstante, la fibra de limón es la que confiere mayor viscosidad a las suspensiones, probablemente debido al mayor tamaño molecular promedio de los solubles y especialmente de los insolubles. La viscosidad de las suspensiones con fibra de limón es sensiblemente mayor a bajos gradientes de velocidad, por lo que ésta sería la fibra recomendada para actuar como estabilizante ante fenómenos de sedimentación o cremado. Sin embargo, si los productos a los que se añaden van a ser sometidos a altos gradientes de velocidad, la fibra de manzana sería la que permitiría un mayor control de la viscosidad aunque añadida a mayor concentración.
  
6. La fibra de limón es la única que muestra un carácter tixotrópico cuando se cizalla a gradientes de velocidad inferiores a  $5 \text{ s}^{-1}$ , lo que es consecuencia de la progresiva orientación de las partículas fibrosas que forman parte de su estructura. A gradientes de velocidad más altos, la orientación de estas partículas es instantánea.



## Capítulo III

---



### **III. CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES TEXTURALES DE LAS SUSPENSIONES DE FIBRA.**

#### **III.1. INTRODUCCIÓN.**

##### **III.1.1. Concepto de textura y técnicas para su evaluación.**

La textura definida por Szczesniak (2002) “...es la manifestación sensorial y funcional de las propiedades estructurales, mecánicas y superficiales de los alimentos determinadas a través de los sentidos de la vista, oído, tacto y las cinéticas involucradas en cada caso”. Esta definición encierra conceptos importantes, tales como que la textura:

1. Es una propiedad sensorial, y por tanto, su percepción se encuentra supeditada al ser humano que tiene la capacidad de describir sus sensaciones. Los instrumentos mecánicos de medición de la textura pueden detectar y cuantificar de forma alternativa ciertos parámetros físicos que deben posteriormente interpretarse en términos de la percepción sensorial. En este caso, la percepción de la textura se deriva o parte de la reacción del alimento a un estrés aplicado que se cuantifica mediante propiedades mecánicas tales como dureza, firmeza, adhesividad, cohesividad, gomosidad, elasticidad, o viscosidad y que son percibidas en los sentidos quines-téticos en los músculos de la mano, dedos, lengua, mandíbula o labios (Meilgaard et al., 1999).
2. Es un atributo que ha de venir definido a través de múltiples parámetros.
3. Se deriva de la estructura del alimento (molecular, microscópica o macroscópica)

4. Es detectada por varios sentidos, entre los que destaca el tacto a través de la presión.

De acuerdo a la definición la textura, puede observarse como ésta juega un papel importante en la aceptación global de un producto. De hecho, es uno de los criterios más importantes utilizados por los consumidores para evaluar la frescura y calidad de los alimentos y, en muchos casos, se prefieren productos en los que exista un cierto contraste en las texturas, lo cual aumenta el placer de comer proporcionando interés y variedad (Carpenter et al., 2002).

Las sensaciones de placer en una degustación de un producto o alimento están relacionadas con el uso de los sentidos, como bien se ha señalado, por lo que en la evaluación sensorial éstos juegan un papel determinante. Así, en la evaluación inicial de un producto, su aspecto y manipulación pueden proporcionar información útil sobre algunas de las propiedades que contribuyen a su textura, por ejemplo, sólida o líquida, áspera o suave. Esto se realiza por medio de dos sentidos, la vista y el tacto, los cuales son de uso universal en la evaluación de alimentos y otros productos. Luego, el proceso de evaluación bucal del alimento se desarrolla en tres fases:

- a. Ingestión inicial o compresiones iniciales en el caso de semisólidos
- b. Corte con los dientes y masticación repetida o bien manipulación por medio de compresiones sucesivas en el caso de semisólidos.
- c. Deglución ó ingestión.

Durante el proceso de masticación en sólidos o de manipulación en semisólidos se utilizan varios sistemas sensoriales. El primero es el sentido

quinestésico (movimiento), mediante el cual los receptores responden a la resistencia que ofrece el alimento durante el corte, masticación o bien la manipulación con los consiguientes movimientos de la lengua y las mandíbulas. El segundo sistema es el somestético (piel), gracias al cual se perciben en la cavidad bucal cambios relacionados con el contacto, presión y temperatura. El tercero es el sentido auditivo (oído), mediante el que los sonidos emitidos son integrados por el cerebro con el resto de información relevante, para proporcionar la percepción textural (Carpenter et al., 2002).

Esta complejidad en la percepción sensorial de la textura fue observada por Szczesniak y Ilker (1988), en la evaluación de una variedad de alimentos de origen vegetal en donde a través de un panel analítico se identificó la combinación de por lo menos cinco percepciones en el cerebro humano, con las cuales se forma una opinión de la jugosidad de un alimento elaborado y que incluyen:

- a. fuerza con la que sale el jugo fuera del producto,
- b. tasa en que se libera el jugo del vaso a boca,
- c. cantidad total de jugo liberado durante la masticación/manipulación,
- d. propiedades de flujo en las que se expresa el fluido,
- e. contraste de consistencia entre el líquido y las células suspendidas, y
- f. efecto de la producción de saliva.

Esta percepción sensorial desarrollada a través de esta serie de sentidos mencionados anteriormente y que van manifestándose de forma paulatina en un amplio espectro de sensaciones, denota el carácter múltiparamétrico de la percepción sensorial de la textura. Por lo tanto su descripción debe seguir una estrecha relación con una serie de atributos de textura en los cuales sea posible manifestar las sensaciones percibidas y que sirvan como medio de expresión cualitativa y cuantitativa de un determinado estímulo percibido. Por ello, con el fin

### Capítulo III

---

de ordenar y clasificar los atributos de textura en ciertas categorías, Szczesniak (1963; 2002) propuso tres grupos de propiedades que describen la textura:

- Características mecánicas, relacionadas con la reacción del alimento a la tensión y que a su vez se dividen en:
  - Parámetros primarios (dureza, cohesividad, viscosidad, elasticidad y adhesividad).
  - Parámetros secundarios (fragilidad, masticabilidad y gomosidad).
- Propiedades geométricas, relacionadas con el tamaño, forma y orientación de las partículas en el interior del alimento.
- Otras características, relacionadas con la percepción de los contenidos de humedad y grasa.

Esta clasificación de la textura permite observar la existencia de una serie de atributos de textura relacionados con las propiedades mecánicas, geométricas y otras propiedades presentes en el alimento. Estas características son manifestadas a su vez en varias etapas durante la degustación, por lo que se ha desarrollado, entre otras técnicas descriptivas, el **análisis de perfil de textura**, el cual es mencionada por Ceville y Liska (1975) como “el análisis sensorial del conjunto de la textura de un alimento en términos de sus características mecánicas, geométricas, contenido en grasa y humedad en la medida en que están presentes, así como en el orden en el cual aparecen desde el primer bocado a través de su completa masticación”. Con esta técnica los valores obtenidos de la percepción sensorial pueden representarse gráficamente o bien ser analizados por medio de una técnica de análisis estadístico donde se logre obtener un resultado cualitativo y cuantitativo del espectro o configuración del atributo sensorial bajo estudio.

Una de las etapas a tomar en cuenta en el desarrollo de los perfiles de textura es el **desarrollo de un vocabulario o terminología** de los atributos de textura específica para el grupo de productos que se desea evaluar. Esto se puede lograr, ya sea formando un grupo de discusión con los catadores donde se acuerden los términos a utilizar así como los tiempos de aparición de los atributos, o bien por medio de la evaluación de una lista de términos previamente seleccionados y bien definidos de los que, una vez evaluados por un grupo de catadores en forma individual, se seleccionen las propiedades de textura que deben tomarse en cuenta. En este último caso la decisión puede llevarse a cabo por medio del uso de técnicas estadísticas multivariantes como por ejemplo el escalado multidimensional que es una herramienta útil en la evaluación de la toma de dicha decisión.

El proceso de desarrollo de terminología anterior ha sido ampliamente desarrollado por Ceville y Szczesniak (1973) quienes muestran, además, una serie de pautas para el entrenamiento de un panel de catadores con el que se requiera el uso de la técnica del perfil de textura. Estas suponen, en un primer lugar, definir los términos primarios (dureza, cohesividad, viscosidad, elasticidad, adhesividad) así como los secundarios (fracturabilidad, masticabilidad, gomosidad) tanto en el ámbito físico como sensorial. En este sentido, Ceville y Liska (1975) muestran un desarrollo más específico para productos semisólidos tomando en cuenta el establecimiento de (a) una técnica de evaluación, (b) una terminología apropiada y (c) el orden y tiempo de aparición específico de las características principales de textura dadas por Ceville y Szczesniak (1973). La Tabla 3.1 muestra con más detalle dicho desarrollo.

**Tabla 3.1 Técnica del perfil sensorial de textura y definición de términos para alimentos semisólidos desarrollado por Ceville y Liska (1975).**

<b>Estado I</b>	<b>Técnica:</b> Coloque una cucharada redondeada de producto en la boca; manipúlela sin comprimir o romper.
Atributos a evaluar:	<b>Densidad/cuerpo:</b> peso percibido del producto al colocarlo en lengua <b>Humedad:</b> grado de humedad en la superficie <b>Humectación:</b> humectación del producto con la saliva <b>Deslizamiento:</b> deslizamiento del producto en lengua (adhesividad)
<b>Estado II</b>	<b>Técnica:</b> Coloque una cucharada fresca de producto en la boca; comprímala parcialmente contra el paladar, libérela y repita.
Atributos a evaluar:	<b>Firmeza:</b> fuerza para comprimir de forma parcial (dureza) <b>Capacidad recuperación:</b> grado en que la muestra vuelve a su forma original (elasticidad) <b>Gomosidad:</b> grado de cohesividad (cohesividad) <b>Extensibilidad:</b> extensión del producto en lengua (viscosidad/ gomosidad, adhesividad).
<b>Estado III</b>	<b>Técnica:</b> Coloque una cucharada de producto en la boca; comprima completamente entre la lengua y el paladar
Atributos a evaluar:	<b>Extensibilidad:</b> extensión del producto en lengua <b>Firmeza:</b> fuerza necesaria para comprimir completamente (dureza) <b>Aireación:</b> cantidad de aire percibido en el producto <b>Enfriamiento:</b> efecto térmico en la lengua
<b>Estado IV</b>	<b>Técnica:</b> Coloque una cucharada en la boca; mueva la lengua hacia atrás y delante a una manipulación por segundo.
Atributos a evaluar:	<b>Adhesividad:</b> fuerza requerida para remover el material que se adhiere a la boca (adhesividad) <b>Homogeneidad:</b> ausencia de partículas en el producto <b>Tasa para desmenuzar:</b> tiempo requerido para desmenuzar el producto (gomosidad, absorción de humedad, reacción termal) <b>Brusquedad al desmenuzar:</b> manera en la cual ocurre el cambio de semi-sólido a líquido, con un intervalo de gradual a abrupto (reacción térmica, absorción de humedad, gomosidad) <b>Uniformidad al desmenuzar:</b> uniformidad a través de rompimiento <b>Tipo de rompimiento:</b> descripción de los cambios ocurridos durante el rompimiento. <b>Cubrimiento en boca:</b> cubrimiento en boca
<b>Estado V</b>	<b>Técnica:</b> Después de manipulación y rompimiento; tragar producto
Atributos a evaluar:	<b>Facilidad para tragar:</b> grado en el cual el rompimiento del producto permite su deglución. <b>Fluidez:</b> grado en el cual el producto es un líquido fino (gomosidad/ viscosidad).

Los atributos de textura en evaluación se muestran entre paréntesis.

En este desarrollo de vocabulario mostrado en la **Tabla 3.1** para productos semi-sólidos como por ejemplo postres con cubierta, pudines y natillas se observa

como en cada momento de la degustación se utiliza una técnica de evaluación. En la etapa inicial se recurre a la interacción entre el producto y las sensaciones salivares relacionadas con la liberación de saliva y su proceso de absorción, sin aplicar una fuerza a la muestra contra el paladar sobre el producto. En etapas posteriores se procede a la manipulación donde se aplica una fuerza a la muestra contra el paladar, para evaluar los principales atributos de textura como son la fuerza, elasticidad, cohesividad, viscosidad, gomosidad, adhesividad, etc., los cuales se presentan entre paréntesis después de cada definición de los diferentes términos empleados.

La utilización de esta técnica así como su terminología puede aplicarse con ciertas modificaciones a productos como queso blando, postres de gelatina, mantequilla de cacahuete, etc. (Ceville y Liska, 1975), por lo que en términos generales puede servir como guía en el desarrollo de una evaluación de un grupo específico de productos.

No obstante, en cada caso particular deben evaluarse y definirse aquellas características que se consideren más relevantes según los objetivos de la investigación en concreto.

Por ejemplo de Wijk et al. (2003), desarrolló una terminología específica para productos similares a las natillas en los que seleccionó para evaluar:

- Grosor/viscosidad: representa el grosor/viscosidad del producto en boca después de que el alimento es presionado con movimientos hacia arriba y abajo de la lengua contra el paladar.
- Compactación: el alimento se percibe pesado/consistente y no se mueve fácilmente. La sensación viscosa/gruesa persiste después de que el alimento es presionado contra el paladar.

- Fusión/adelgazamiento: el alimento se vuelve fino/delgado en la boca y se expande por toda la boca a diferentes velocidades.

Otra técnica de evaluación sensorial, además del perfil de textura, es el **análisis descriptivo de espectro** (Muñoz y Ceville, 1992 y 1998), desarrollado durante años en colaboración con un determinado número de compañías que buscaban una manera de obtener análisis descriptivos sensoriales reproducibles y repetitivos de sus productos. La filosofía del análisis de espectro es pragmática; provee las herramientas con las cuales se puede diseñar un procedimiento descriptivo para una determinada categoría de producto (Meilgaard et al., 1999). En esta técnica se hace uso de una escala de intensidad de diferentes atributos establecidos en base a unos productos de referencia evaluados repetidas veces por un panel de catadores entrenados. Por ejemplo, para la evaluación de la textura de productos semisólidos se utilizan como referencia purés para niños, yogurt, crema ácida, natilla de aerosol, mantequilla de cacahuete, queso crema, postres instantáneos de gelatina, pudines, mayonesa, harina de trigo de maíz, almidón de maíz, cereal de arroz para bebe, etc. A cada producto se le asigna un valor de referencia de cada uno de los atributos que pueden serle aplicables. En el caso de la textura de semisólidos, éstos pueden ser deslizamiento, firmeza, cohesividad, densidad, cantidad de partículas, tamaño partículas y cubrimiento en boca. Sin embargo, los productos comerciales utilizados como referencia en esta técnica tienen, como todo desarrollo metodológico, una especificidad que puede limitar su aplicación para un grupo diferente de alimentos.

Los atributos de textura anteriormente mencionados y que son analizados en el Método Descriptivo de Espectro se presentan además de acuerdo a su tiempo de aparición, con una definición de cada término y su consecuente técnica de evaluación (**Figura 3.1**). En esta figura se muestra, a su vez, la escala lineal de calificación de los productos a evaluar, la cual permite cuantificar la intensidad del

atributo percibido en relación con los valores de referencia asignados a los productos estándar utilizados por esta técnica que los catadores habrán probado en sesiones anteriores de entrenamiento.

Existen diferentes tipos de escalas para evaluar los atributos sensoriales. Un ejemplo de ellas, diferente al mostrado en la **Figura 3.1**, es la escala de categorías (o de partición) donde el catador asigna un valor (categoría) a un determinado estímulo dentro de una escala numérica limitada. Generalmente este tipo de escala puede presentar limitaciones en cuanto a las diferencias entre una muestra y otra. Por ejemplo, en una escala de categoría de 7 puntos para el atributo de fuerza, un producto calificado con un 6 no necesariamente es el doble de fuerte que un producto calificado con un 3. Así, la diferencia del atributo fuerza entre 2 y 4 puede que no sea la misma que aquella entre 4 y 6, aunque debe animarse a los catadores a tratar de utilizar todo el intervalo de forma similar. Por otra parte, con estas escalas los catadores tienden a utilizar determinadas categorías con más frecuencia, y usualmente tratan de evitar el uso de los puntos finales de las escalas para reservar estos a “verdaderos extremos”. A menos que la escala represente un intervalo muy pequeño de la percepción sensorial o que el número de muestras a evaluar sea menor de 5, debe considerarse el uso de una escala de categoría de al menos 10 a 15 puntos (Meilgaard et al., 1999).

<p><b>1. Primera compresión.</b></p> <p>Procedimiento: Coloque ¼ de cucharada de muestra en la boca y presione entre la lengua y el paladar.</p> <p>a. Resbaladizo: La cantidad en que el producto se desliza a través de la lengua.</p> <p>Arrastra _____ Resbala</p> <p>b. Firmeza: La fuerza requerida para comprimir entre la lengua y el paladar.</p> <p>Suave _____ Firme</p> <p>c. Cohesión: La cantidad en que la muestra se deforma en lugar de romperse/ cortarse</p> <p>Romper/ Cortar _____ Deforme/ cohesiva</p> <p>d. Densidad: Compactación de la sección longitudinal</p> <p>Aireado _____ Densos/ compacto</p> <p><b>2. Manipulación.</b></p> <p>Procedimiento: Presione la muestra diversas veces más (3 a 8 veces)</p> <p>a. Cantidad de partículas: La cantidad o número relativo de partículas en la boca</p> <p>Ninguna _____ Muchas</p> <p>b. Tamaño partículas: El tamaño de partículas en la masa.</p> <p>Extremadamente pequeños _____ Largos</p> <p><b>3. Sensación residual</b></p> <p>Procedimiento: Tragar o expectorar</p> <p>a. Cubrimiento de la boca: La cantidad de película residual en la superficie de la boca.</p> <p>Ninguna _____ Mucho.</p>
---

Figura 3.1 Terminología utilizada por el Método de Análisis de Espectro para una evaluación progresiva de la textura oral de productos semisólidos (Meilgaard et al., 1999).

### III.1.2 Herramientas estadísticas en la evaluación de resultados sensoriales

En relación con la validez de los métodos sensoriales que evalúan las propiedades de textura, ésta se apoya en el uso de técnicas estadísticas adecuadas para el tratamiento de los resultados. En muchas ocasiones se recurre a análisis de la varianza en forma individual de cada atributo evaluado, pero esta técnica de

análisis de los resultados puede que no lleve a las mejores conclusiones. Los métodos multivariantes, entre los que se encuentran el análisis de componentes principales (CP) y el análisis factorial de correspondencias o simplemente análisis de correspondencias (AC), parecen ser más adecuados (Burgard y Kuznicki, 1990). Con estos métodos se recurre a la agrupación de atributos correlacionados en factores, dando una estimación cuantitativa del grado en que cada variable o atributo es representativa del factor. Dado que el número de factores será mucho menor que el número de variables que tienen relación con el factor, estos factores pueden ser más convenientes para describir los datos que las variables originales.

El uso de los métodos multivariantes en donde se pueden establecer relaciones entre los atributos sensoriales que mejor describen una serie de productos o un tipo de producto en particular puede, además, ayudar a establecer relaciones entre los atributos y los ingredientes presentes en un producto modelo controlado y servir como base en el establecimiento de la relación de dichos atributos y sus inter-relaciones con las medidas instrumentales relacionadas con dichas propiedades.

Por ejemplo, en el estudio llevado a cabo por de Wijk et al. (2003) en donde se aplicaron técnicas estadísticas de CP aplicado en postres similares a las natillas de vainilla, se llegó a establecer un espacio sensorial organizado por dos dimensiones, una descrita desde el atributo denominado “grado de fusión” hacia el denominado “espesor/viscosidad”, y una segunda dimensión desde el “grado de aspereza/rugosidad” hacia el atributo de “cremosidad/suavidad”. Así mismo, el efecto de los ingredientes en las dimensiones pudo ser evaluado por medio de productos modelo que permitieron encontrar una alta asociación entre el nivel de carragenato y de almidón con la dimensión grado de fusión-espesor/viscosidad y entre el nivel de grasa con la dimensión aspereza-cremosidad/suavidad. Sin embargo, el efecto de los ingredientes sobre las dimensiones fue más importante para el caso del carragenato y el almidón, que mostraron un aumento elevado en el

atributo de espesor/viscosidad y la correspondiente disminución en el atributo de grado de fusión provocado por un incremento en la cantidad de almidón o de carragenato. Por otra parte, el estímulo de la viscosidad medido por medio de un reómetro de Brookfield tuvo una asociación positiva con el lado de “espesor/viscosidad” de la dimensión grado de fusión-espesor/viscosidad y de forma negativa con la parte de “grado de fusión” de dicha dimensión. Así, en base a esta fuerte relación positiva entre el estímulo de la viscosidad y la percepción del espesor/viscosidad y la alta influencia de los espesantes de carragenato y almidón en los atributos que formaron parte de la dimensión grado de fusión-espesor/viscosidad, de Wijk et al. (2003) llegaron a la conclusión de que la organización de los atributos a lo largo de la dimensión fusión-espesor/viscosidad se basaba prioritariamente en el estímulo de viscosidad, al menos en la parte “espesa” de dicha dimensión.

Por su parte, el término “fusión” puede referirse al fenómeno físico como tal, pero de forma alternativa, podría también referirse al término semántico opuesto a “grueso/consistente”. Si el “grado de fusión” reflejase la fusión física de la crema en boca, se esperaría una asociación positiva en las valoraciones sensoriales del “grado de fusión” y otros aspectos relacionados físicamente con dicho estímulo, por ejemplo, un alto grado de rompimiento. En este caso, dado que se observó una relación negativa entre el rompimiento del producto y “el grado de fusión” esto parece indicar, de acuerdo a de Wijk et al. (2003), que el “grado de fusión” no refleja el fenómeno físico de la fusión, y en su lugar, “el grado de fusión” parece ser sinónimo de “delgado/poco consistente” o “no grueso/consistente”.

En el caso del AC, su desarrollo desde el punto de vista más simple parte de dos variables que forman una tabla de contingencia (o doble entrada) y que son representadas en un espacio de baja dimensionalidad con el fin de descubrir tanto las relaciones entre las variables, como las relaciones entre las categorías de cada

variable. Se logran con ambas técnicas (AC y CP) por tanto, representaciones gráficas que permiten visualizar la proximidad o lejanía entre las categorías que forman parte de las variables estudiadas. Así, para cada variable, aquellas categorías situadas cerca unas de otras, estarán reflejando similitud en cuanto a su distribución mientras las categorías lejanas la situación contraria. Las diferencias entre el AC con los análisis factoriales como el CP están en que éstos últimos precisan información medida mediante la escala de intervalo, el número de observaciones debe ser, al menos, cinco veces superior al número de variables, y únicamente determinan relaciones lineales entre las variables. El AC por su parte utiliza variables cualitativas, lo cual le permite una gran flexibilidad puesto que cualquier variable puede transformarse a una escala cualitativa, detecta cualquier tipo de relación, no sólo relaciones lineales y puede describir las relaciones entre las categorías de una variable así como la relación entre las variables que forman la tabla de contingencia (Miró et al., 2003).

El análisis multivariante de correspondencias, aunque fuese creado para el estudio de tablas de contingencia, en la actualidad se aplica a cualquier tabla de números positivos, ya sean variables nominales, ordinales, tablas de notaciones, disyuntivas, tablas de series temporales, tablas de datos binarios que reflejan presencia o ausencia, tablas de proximidad o distancia entre elementos, tablas de correlación, tablas mixtas, etc. Por lo tanto, para poder aplicar esta técnica de análisis es necesario poder construir una tabla que contengan medida de correspondencia entre filas y columnas, referidas a su similitud, afinidad, confusión, asociación, interacción, distancia, etc. (Miró et al., 2003). Con el fin de que los resultados sean interpretables es necesario que se pueda dar algún sentido a la suma de los casos por filas o por columnas (Sánchez Montenegro, 1996), por lo que la tabla inicial de valores debe sufrir una transformación en lo que se llama perfiles fila y columna de manera que exista una distribución condicionada estadísticamente entre los perfiles.

### Capítulo III

---

Así, si como es el objetivo de este trabajo, se pretende evaluar, a partir de una serie de atributos, la textura de un producto con diferente concentración de un determinado ingrediente, los atributos con los cuales se caracteriza el producto podrían disponerse como perfiles columna y los niveles de concentración del ingrediente como los perfiles fila. A su vez, para que exista una distribución condicionada entre ambos perfiles, se puede calcular una valoración positiva y una negativa de cada atributo, dando lugar a un perfil columna positivo y otro negativo. La contribución positiva se corresponderá con la suma de la puntuación obtenida para cada atributo por el total de jueces y la valoración negativa a la resta del valor máximo posible que cada atributo puede llegar a obtener menos la contribución positiva anterior. Con ello, se logra una tabla donde existe un perfil fila relacionado con el perfil columna tanto en una valoración positiva como en una negativa, con los cuales se podrá llevar a cabo el desarrollo de un análisis de complementos entre los perfiles obtenidos para poder visualizar de una forma gráfica la existencia de alguna similitud, lejanía o algún tipo de relación entre los atributos de textura respecto a las preparaciones analizadas.

Cada perfil fila tendrá, por tanto, un conjunto de números de acuerdo al número de columnas presentes y a su vez el conjunto del perfil fila estará compuesto por una nube de puntos. Este mismo razonamiento se cumple para el perfil columna el cual tendrá el mismo número de puntos que perfiles fila existan. Dentro de estos perfiles, fila o columna, pueden existir modalidades similares que pueden originar una visión equivocada de la relación entre variables por lo que el análisis de complementos utiliza el estadístico de la distancia Chi-cuadrado ( $X^2$ ) que pondera cada perfil por su peso o masa.

Una vez establecidas las distancias  $X^2$ , al tener dos conjuntos de nubes de puntos originados del perfil fila y columna, se trata de encontrar los ejes principales de inercia, o varianza, es decir, aquellas direcciones que absorben el máximo de

inercia de cada nube de puntos. La varianza es interpretada en este caso de acuerdo a la mecánica newtoniana como la inercia de los distintos puntos respecto del origen de coordenadas (centro de gravedad), que no es más que una suma ponderada de las distancias de los puntos a otro, que en este caso es el origen de coordenadas (Joaristi y Lizasoain, 2000).

En este punto se llegan a establecer coordenadas factoriales en donde a su vez se establecen relaciones de transición las cuales permiten representar los puntos de un espacio en función de las coordenadas de los puntos del otro, es decir, las coordenadas de una fila (i) en función de las coordenadas de las columnas (j), siendo la consecuencia inmediata que se puede proceder a una representación geométrica simultánea de las dos nubes de puntos (Joaristi y Lizasoain, 2000).

Una vez establecidos los ejes principales con una mayor representación de la inercia explicada de la nube de puntos de los perfiles fila y columna, el análisis de complementos permite establecer las categorías que presentan una mayor contribución a los ejes de representación que normalmente son las que ocupan un lugar próximo al eje que representa el factor y además están lejanas del origen de coordenadas factoriales. Son las modalidades que más inercia aportan las que definen el factor y en esto interviene, además de las coordenadas factoriales de las modalidades, su masa.

Si se vuelve a tomar como ejemplo la investigación llevada a cabo por Wijk et al. (2003), los ejes con mayor inercia serán los de “grado de fusión-espesor/viscosidad” y “rugosidad-cremosidad/suavidad” pero con la diferencia de que en este caso los ejes fueron obtenidos utilizando el análisis factorial de componentes principales en lugar del AC.

### **III.1.3 Las relaciones entre respuestas sensoriales e instrumentales.**

La complejidad de la evaluación sensorial de los productos que se deduce de los puntos anteriores hace deseable el conocimiento de las relaciones entre medidas instrumentales y sensoriales relacionadas con la calidad de los mismos, lo que permitiría seleccionar algunas de las primeras para conocer algunos de los atributos sensoriales. En este sentido, es importante establecer el objetivo por el cual se desea evaluar una posible relación entre una respuesta instrumental y la correspondiente respuesta sensorial. Éste puede ser para el diseño y desarrollo de nuevos productos, para el control de calidad durante la manufactura, o para estandarizar parámetros de calidad físico/químicos del producto final.

Como bien señalan Stone y Sidel (1993), las medidas sensoriales e instrumentales son multidimensionales, es decir, una medida instrumental dada puede ser representada perceptivamente por cuatro, cinco o más características sensoriales. Por ejemplo, el cambio de un ingrediente en una formulación puede producir numerosos cambios perceptivos, que a su vez requerirán el uso de diversos instrumentos que permitan identificar los cambios en el producto que puedan estar relacionados con los cambios sensoriales. Para un estímulo simple puede ser sencillo establecer una relación univariante entre las medidas instrumentales y sensoriales, pero a medida que el sistema de estímulo se vuelve más complejo, esta relación tenderá a complicarse. Esto ocurre porque la mayoría de los instrumentos suministran un resultado univariante, que no está influenciado por cambios en la complejidad del estímulo que si afectan a la percepción sensorial. Este incremento en la complejidad del estímulo resulta en contextos de percepciones sensoriales diferentes y estos contextos tienden a resultar en percepciones sensoriales aún más distintas por el uso de los distintos sentidos (quinestésico, somestético y auditivo) involucrados en dicha percepción sensorial. Al contrario que las medidas analíticas, la percepción está frecuentemente afectada

por los componentes del estímulo. El resultado es una percepción nueva o diferente y, aunque esta percepción tenga el mismo nombre (por ejemplo dulzor) en ambos sistemas de estímulo tanto simple como complejo, en el último caso esta percepción estará definida dentro del contexto y más probablemente sea multivariada.

Por ejemplo, el cambio de la concentración de sacarosa en agua puede traducirse inmediatamente como un cambio en la percepción del dulzor y relacionarse univariadamente con el cambio analítico de cantidad de sacarosa. No obstante, el cambio de la concentración de sacarosa en un producto complejo puede no estar relacionado univariadamente con la percepción del dulzor, sugiriendo en este caso que la percepción del dulzor está determinada contextualmente y dicho contexto es multivariante. Por consiguiente, en la evaluación sensorial son apropiados los análisis descriptivos, por lo menos al inicio de la investigación, con el fin de identificar las características que varían de acuerdo con las medidas instrumentales. Los métodos correlativos permiten identificar la agrupación de las respuestas sensoriales, las medidas físicas y químicas y las posibles relaciones matemáticas entre ellos (Stone y Sidel, 1993).

En el caso de la evaluación sensorial de la textura de los alimentos, su respuesta depende de las propiedades específicas del material, de la disposición estructural en las células, fibras y poros y de su interacción en el proceso de masticación. El comer o degustar implica la deformación dentro de la boca y como resultado de ello, un material alimenticio responde de modo diferente a los esfuerzos inducidos dependiendo de su tamaño y forma, de las propiedades inherentes del material, de las velocidades de mordida y masticación y de la orientación de las estructuras o partículas que componen el material. Los ensayos de materiales relacionados con la evaluación de la textura intentan, por otra parte, medir las fuerzas requeridas para producir determinadas deformaciones

### Capítulo III

---

controladas, tales como aplastamiento (compresión) o curvatura o tracción (tensión), etc., y presentarlos de tal forma que sean independientes del tamaño de la muestra, geometría y modo de ensayo. En definitiva miden propiedades bien definidas, tales como esfuerzo y deformación o bien rigidez, y que pueden ser utilizados como herramienta en el establecimiento de correlaciones con las respuestas sensoriales de textura (Rosenthal, 2001).

En este sentido, la percepción táctil en la boca es la que está más relacionada con las relaciones esfuerzo-deformación-tiempo, es decir con el comportamiento reológico del material en un sentido amplio, ya que en productos de comportamiento no lineal como los fluidos no newtonianos y los viscoelásticos, los niveles de esfuerzo, gradientes de velocidad o velocidades de deformación aplicados influyen a su vez en el tipo de comportamiento observado. Así, se sabe que en este tipo de productos, para la percepción inicial en la boca se aplican niveles de gradientes de velocidad relativamente bajos que progresivamente se elevan con el movimiento de la lengua para deformar al alimento hasta convertirlo en un fluido cuya viscosidad se percibe. En estas condiciones se pueden percibir diferentes propiedades mecánicas del producto como elasticidad, pegajosidad, extensibilidad, viscosidad, etc., que configuran parte del perfil textural del producto (Sherman, 1969).

Coherentemente con el comportamiento reológico de los productos, la velocidad de movimiento de la mandíbula y de la lengua en la boca es un factor crítico en la percepción de la textura de los mismos. Teniendo en cuenta que sólo muy pocos alimentos líquidos exhiben comportamiento newtoniano, la mayoría tendrán comportamientos dependientes del nivel de cizalla aplicado, o viscosidades aparentes dependientes del gradiente de velocidad generado. Shama y Sherman (1973) encontraron que en la boca se aplican gradientes de velocidad en el intervalo  $0.1-1000 \text{ s}^{-1}$ . Por tanto, la mayor parte de los alimentos fluidos no

newtonianos, exhibirán viscosidades aparentes en la boca dependientes de los niveles de gradiente de velocidad aplicados durante su ingesta. Para establecer el procedimiento instrumental más adecuado para caracterizar la percepción textural viscosa es importante, por tanto, conocer los niveles de gradiente de velocidad que deben ser utilizados en el ensayo instrumental. Shama y Sherman (1973) encontraron que cuanto más viscoso es el producto más bajos son los gradientes aplicados en la boca durante su degustación, encontrando una correlación entre la relación esfuerzo de corte-gradiente de velocidad aplicado en la boca y el carácter viscoso percibido del producto. Por otra parte, en lo que a la textura se refiere, los instrumentos de medida instrumental de textura operan a alrededor de 20 cm/min, mientras que durante la masticación de algunos alimentos la mandíbula se mueve a una velocidad de hasta 200-400 cm/min Tornberg et al. (1985).

De los comentarios anteriores, se deduce la dificultad de medir instrumentalmente la textura, ya que se requieren un gran número de especificaciones en relación a qué propiedades son más relevantes en la percepción global de los atributos texturales sensoriales, así como de las relaciones mecánicas o reológicas que pueden cuantificar mejor dichas propiedades.

En el caso concreto de productos viscosos elaborados a partir de frutas, como mermeladas, néctares, compotas, que han sido el tipo de productos que se ha tratado de simular en el marco de este trabajo, la evaluación instrumental de la textura o de las propiedades texturales más directamente relacionadas con la percepción sensorial de la misma, puede pasar por la medida de la viscosidad, como parámetro fundamental que caracteriza las relaciones esfuerzo-deformación relativa durante el flujo. Al tratarse de productos no newtonianos, la viscosidad va a ser dependiente de los niveles de esfuerzo o gradiente de velocidad aplicados en el ensayo y por lo tanto, del viscosímetro o reómetro utilizado para la medida. Por otra parte, con productos de este tipo es frecuente también la cuantificación

### Capítulo III

---

instrumental de la consistencia, empleando para ello los consistómetros (Kramer y Twigg, 1973; Mitchell, 1984). En cualquier caso, parece interesante conocer en que medida estas propiedades obtenidas de forma instrumental se correlacionan con la percepción sensorial de la textura en productos de este tipo, lo que ha constituido el objetivo de este capítulo de esta Tesis.

En relación con esto, Pollen et al. (2004), establecen la ec. 3.1. para productos comerciales (tomate ketchup, leche condensada, cobertura de caramelo, sirope de chocolate, aderezo de ensalada y sirope de arce) en los que la medición de la viscosidad  $\eta$ (mPas) se hizo a un gradiente de velocidad de  $25\text{s}^{-1}$  y a  $25^\circ\text{C}$  y la evaluación sensorial aplicando la escala de intensidad de la viscosidad desarrollada por Meilgaard et al (1999) según el método de Análisis Descriptivo de Espectro descrito anteriormente.

$$\text{Intensidad sensorial viscosidad} = 2,0 (\eta)^{0,25} \quad (\text{Ec.3.1})$$

En este caso, los autores, por medio de análisis de componentes principales (CP), concluyeron que la consistencia era el mejor método para evaluar el estímulo de la percepción de la viscosidad por no estar influenciado por las otras propiedades del fluido, lo que también ha sido observado por otros autores (Shama y Sherman, 1973; Houska et al. 1998).

Otros autores como Christensen (1979) han observado relaciones potenciales, con exponentes que varían entre 0,34 y 0,38, que describen de forma adecuada la relación entre la viscosidad medida instrumentalmente dentro del intervalo de gradientes de velocidad aplicado durante la deglución, entre  $10$  y  $100\text{s}^{-1}$  (Shama y Sherman, 1973), y las valoraciones sensoriales orales de soluciones no-newtonianas de carboximetil celulosa (CMC).

No obstante, existe una herramienta estadística que permite relacionar variables de respuesta instrumentales con diferentes atributos sensoriales, que son la regresión mediante mínimos cuadrados parciales (PLS regresión o PLSR). Esta herramienta puede observarse como una técnica estadística de regresión particular para modelizar la asociación entre variables X e Y, pero también puede verse como una filosofía de la manera como pueden afrontarse las relaciones de variables complejas y aproximadas. Se trata de un modelo de proyección que permite establecer relaciones aún cuando no existe una teoría fundamental de relación entre variables bien desarrollada y a su vez, provee una herramienta de verificación de la validez de los modelos derivados de la teoría donde si existen estos fundamentos (Eriksson et al., 2001).

Con estos métodos se extraen los principales patrones de variabilidad de una tabla de datos que tiene relevancia tanto para la tabla X de datos instrumentales, o variables X, como para la otra tabla Y de variables donde están los datos sensoriales de las mismas muestras. Esto permite interpretar las estructuras dentro y entre X e Y y, de esta manera, puede utilizarse el modelo obtenido para predecir respuestas sensoriales a partir de datos instrumentales de nuevas muestras. La técnica utilizada es la regresión con mínimos cuadrados parciales (PLS regresión o PLSR). El método original fue desarrollado por Wold y col en 1983 (Wold et al., 1983) aunque desde entonces ha sido modificado para hacerlo más robusto y versátil (Martens y Martens, 2001).

La utilización del PLS extiende la regresión lineal múltiple sin imponer las restricciones utilizadas en el análisis discriminante, regresión de componentes principales, etc. En la regresión PLS, las funciones de predicción son representadas a partir de factores extraídos de matrices cruzadas que involucran a ambas variables X e Y, mientras que los métodos multivariantes tradicionales (análisis discriminante, componentes principales, etc.) los factores subyacentes a las

### Capítulo III

---

variables X e Y son extraídos de matrices donde se utilizan de forma separada las variables X e Y sin la aplicación de su entrecruzamiento. Además, en el PLS el número de las funciones de predicción que pueden extraerse excede normalmente el número máximo de las variables X e Y, mientras que en los métodos multivariantes tradicionales el número de funciones de predicción nunca puede exceder el mínimo de números de variables Y e variables X.

El análisis mediante regresión PLS se ha utilizado en diversas disciplinas tales como química, economía, medicina, psicología, y ciencia farmacéutica donde es necesaria la modelización lineal predictiva y en especial cuando un gran número de variables predictoras son necesarias para su desarrollo. De forma particular, en el área de quimiometría la regresión PLS se ha convertido en una herramienta estándar para modelizar relaciones lineales entre mediciones multivariantes.

Como un ejemplo de aplicación de este procedimiento de análisis puede citarse el trabajo realizado por Weller y Stanton (2002) en la fabricación de cereales, donde se señalan las pautas a seguir para llevar a cabo la implementación de un programa de calidad analítico descriptivo que toma en cuenta las preferencias del consumidor y su relación con los atributos sensoriales de un panel entrenado por medio de un modelo. Este modelo utilizado por Weller y Stanton (2002), basado en el uso de métodos multivariantes de regresión PLS, relacionó los valores de preferencia de los consumidores con las medidas descriptivas físicas y químicas en conjunto, logrando una explicación del 98% de la variación de los datos.

El objetivo general de este capítulo, expuesto en detalle en el punto 2 de esta Tesis, fue identificar los atributos sensoriales que más contribuyen a la definición de la textura de productos de alta viscosidad y establecer su relación con medidas instrumentales de propiedades texturales de los mismos.

## **III.2. MATERIALES Y MÉTODOS.**

### **III.2.1. Caracterización instrumental de propiedades relacionadas con la textura.**

#### **III.2.1.1. Materias Primas.**

Las materias primas utilizadas para elaborar las preparaciones de fibra fueron las descritas en el **capítulo I**, apartado **I.2.1.** para los tres tipos de fibra (limón, naranja y manzana).

#### **III.2.1.2 Preparación de las suspensiones de fibra de fruta.**

##### **Fibra de limón.**

Se prepararon suspensiones al 2,0, 2,5 y 3,0% en una disolución de sacarosa de 45°Brix aplicando 15 min de agitación mecánica con Ultraturrax a 8000 rpm y 25°C y un vacío posterior de 50 mbar durante 10 min en una cámara de acero inoxidable según se ha descrito descrito en el **capítulo II** apartado **II.2.1.1.**

##### **Fibra de naranja y manzana.**

En el caso de estos dos tipos de fibra se siguió el procedimiento descrito en el **capítulo II**, sección **II.2.1.2** tanto para la fibra de naranja como la de manzana.

En este caso se trabajó con concentraciones del 3,0; 3,5; 4,0 y 5,0% para el caso de la naranja y 5,0; 6,0 y 8,0% para la manzana, tomando como base una disolución de sacarosa de 45°Brix, con un 2% de pectina.

### **III.2.1.3 Caracterización instrumental de propiedades texturales de las fibras.**

#### **III.2.1.3.1 Medidas por medio de un viscosímetro de fluido infinito.**

Las medidas se llevaron a cabo utilizando un viscosímetro Brookfield modelo LV en las tres fibras (limón, naranja y manzana) con velocidades de giro de 6, 12, 30 y 60 rpm, utilizando la aguja de medida N°4 con la cual el intervalo de viscosidades de las muestras de medida se mantuvo dentro de la escala de medición del equipo. Las muestras se atemperaron y midieron a  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ , utilizando para ello un baño PolyScience 801.

En todos los casos, la medida se realizó a las 24 h de la preparación de las suspensiones. Los valores obtenidos de la escala de Brookfield se transformaron en valores de viscosidad (cp o mPas) por medio de una tabla de conversión suministrada por el fabricante de los equipos que aplica un factor de corrección que depende del modelo del equipo, tipo de aguja y la velocidad aplicada a la muestra.

#### **III.2.1.3.2 Medidas por medio de un consistómetro.**

Las preparaciones analizadas fueron las mismas que en la sección anterior (III.2.3.1) A cada una de ellas se le cuantificó la distancia (cm) recorrida en un consistómetro Bostwick de una cantidad conocida de muestra (g) durante 30s de flujo a una temperatura media de  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ . Los valores se registraron como la relación distancia/masa (cm/g) de un promedio de tres mediciones. También en este caso las medidas se realizaron a las 24 h de haber preparado las suspensiones.

En este caso como en la sección anterior, las medidas se llevaron a cabo con el mismo lote de preparación de las muestras utilizadas para llevar a cabo el análisis sensorial, es decir, a las 24h de su preparación.

#### **III.2.1.3.3. Medidas por medio de un reómetro.**

Se obtuvieron las curvas de flujo o reogramas de las suspensiones de fibra a las 24 h. Se realizaron tres repeticiones por fibra.

#### **III.2.2. Evaluación sensorial de las propiedades de textura.**

##### **III.2.2.1. Selección de los atributos sensoriales a evaluar.**

Para la selección de los atributos sensoriales más característicos de la textura de este tipo de alimentos se realizaron dos catas A y B utilizando dos grupos de productos comerciales.

Productos utilizados para la Cata I (A):

- Mermelada de ciruela y kiwi con fibra, con un contenido de 20g ciruela y 30g kiwi/100g de producto, elaborado por Hero España, S.A.
- Compota de manzana con tropezones, con ingredientes mayoritarios manzana, azúcar y jarabe de glucosa, elaborado por Odenwald-Konserven GMBH, Alemania.
- Papilla infantil de frutas variadas, con un 66% de frutas (naranja, manzana, pera y albaricoque), elaborado por Nestlé España S.A.

Productos utilizados para la Cata II (B):

- Mermelada de melocotón, con un contenido de 50g fruta por 100g de producto, Marca Ligeresa y elaborado por Unilever Foods España, S.A.
- Mermelada de frutas del bosque extra, con un contenido de 55g fruta por 100g de producto, Marca Hacendado elaborado por Helios, S.A.
- Confitura de naranja dulce con trozos de corteza, con un contenido de 35g fruta por 100g de producto, Marca Hero Classica elaborada por Hero España, S.A.
- Mermelada de melocotón con contenidos mayoritarios de fruta y zumo concentrado de manzana, elaborada por Helios, S.A.

Estos productos, numerados de acuerdo a una codificación de 3 dígitos según la Tabla de Números Aleatorios (Meilgaard et al., 1999), fueron evaluados sensorialmente en una sala de catas equipada con cabinas con pila y grifo y con fuente luminosa fija según norma UNE 87-004-79.

Para la prueba sensorial se preparó un listado de atributos basados en la norma UNE 87-001-94 para la evaluación de la textura de los productos en cuatro momentos diferentes de su manipulación:

- A. Durante la manipulación previa a la ingesta: la fluencia y la extensibilidad.
- B. Durante la ingesta en la primera compresión: el cuerpo o consistencia, la viscosidad y la elasticidad.
- C. Durante la ingesta en compresiones sucesivas: la granulosidad, la cantidad de partículas y la pegajosidad.

- D. Al tragar el producto como sensación residual: cubrimiento del producto en boca.

Cada uno de los atributos se acompañó de su definición, que fue comentada con los catadores en una sesión inicial. Las definiciones de los atributos se muestran en la **Figura 3.2A**, así como la hoja de plantilla de respuesta de la evaluación. Se trabajó con un panel de 15 jueces. La prueba para la selección de atributos consistió en una pregunta cerrada de preferencia (si/no) respecto a la importancia de cada atributo en la textura del producto. Una vez obtenida la valoración de los jueces, se llevó a cabo la selección de los atributos más importantes por medio del uso de estos estadísticos descriptivos junto con la técnica multivariante multidimensional *scaling*.

### Capítulo III

La siguiente degustación tiene el fin de determinar los atributos de textura que le sean percibidos en los diferentes productos comerciales que se le darán a probar. Es muy importante su criterio crítico de cuáles atributos de la lista adjunta le son importantes y cuáles otros sin incluir deben añadirse.

En la hoja de resultados que se adjunta marcar con una X la casilla Sí, al considerar que el atributo evaluado tiene importancia en la textura del producto. En el caso de no ser así, marcar la casilla No.

**A. Durante la manipulación**

a. Fluencia: Capacidad de mantener la forma en la cuchara o utensilio utilizado para la dosificación del producto

b. Extensibilidad: Facilidad para extender el producto sobre una superficie. (galleta, tostada...)

**B. Durante la ingestión**

B.1 En la primera compresión.

Procedimiento: Coloque ¼ de cucharada de muestra en la boca y presione entre la lengua y el paladar.

a. Cuerpo o consistencia: Sensación del grado de compactación del producto en boca; grado de unión entre las partículas del producto en boca.

b. Viscosidad: Facilidad de deformación del producto en la boca.

c. Elasticidad: Capacidad de recuperar la deformación inducida en la boca.

**B.2 Compresiones sucesivas.**

Procedimiento: Presione la muestra entre la lengua y el paladar varias veces más (3 a 8 veces)

a. **Granulosidad:** sensación de notar partículas en la boca

b. Cantidad de partículas: Influencia del número de partículas que se notan en boca.

c. El tamaño de partículas en el producto: Influencia del tamaño de las partículas presentes en el producto en la textura percibida

d. Pegajosidad: Sensación de adherencia del producto al paladar

**B.3 Sensación residual**

Procedimiento: Tragar el producto

a. Cubrimiento del producto en boca: cantidad de película residual que queda en la superficie de la boca después de tragar el producto.

Gracias:

Fecha \_\_\_\_\_ nombre \_\_\_\_\_

	N° Muestra	N° Muestra		N° Muestra		N° Muestra			
		si	no	si	no	si	no		
A	Manipulación	Fluencia		Fluencia		Fluencia		Fluencia	
	Extensibilidad								
	Otros								
B	1era compresión	Cuerpo		Cuerpo		Cuerpo		Cuerpo	
	Consistencia								
	Viscosidad								
	Elasticidad								
	Otros								
B.2	Compresiones sucesivas	Granulosidad		Granulosidad		Granulosidad		Granulosidad	
	Cantidad de partículas								
	Tamaño de partículas								
	Pegajosidad								
	Otros								
C	Sensación residual	Cubrimiento		Cubrimiento		Cubrimiento		Cubrimiento	
	Otros								

**Figura 3.2A. Hoja de cata utilizada para evaluar los productos comerciales para la selección de los atributos de textura con su definición y hoja de respuesta.**

#### III.2.2.2. Evaluación sensorial de las formulaciones de fibra en base a los atributos seleccionados.

Se realizaron 3 sesiones de cata, una para cada tipo de fibra a las tres concentraciones correspondientes, preparadas según se ha descrito en la sección III.2.1.2. En cada sesión se utilizó como referencia una suspensión de fibra de naranja al 4%, por tener una viscosidad intermedia (1 Pas a 100s<sup>-1</sup>, y 3,47 Pas a 1s<sup>-1</sup>) entre las tres fibras (sección II.3.3 del capítulo II). Todas las muestras se prepararon 24 h antes de su evaluación y permanecieron en reposo a temperatura ambiente hasta el momento del análisis. Para la evaluación sensorial se llevó a cabo una prueba de Diferencia por Atributo, utilizando para la respuesta una escala de categoría de 7 puntos centrada en la referencia (0) con un máximo de +3 y un

mínimo de -3, tal como se muestra en la **Figura 3.2B** (Cortés, M., 2004). Se evaluaron todos los atributos seleccionados en base a lo descrito en la sección anterior. En el caso de la fibra de limón la evaluación se llevó a cabo por 13 jueces, en la manzana por 14 y en la naranja por 16. Las muestras se presentaron en vasos de 50 mL translúcidos y de acuerdo a una codificación de 3 dígitos según la Tabla de Números Aleatorios (Meilgaard et al., 1999).

<p>Nombre _____ Fecha _____</p> <p>La siguiente degustación tiene el fin de determinar la intensidad percibida de los atributos de textura de 3 muestras respecto a una muestra de referencia.</p> <p>En la escala de cada atributo, marque el cuadrado correspondiente en función de la intensidad de la muestra con respecto a la referencia. Los valores pueden ser mayores (+) menores (-) o iguales (=) que la muestra de referencia. Sus sugerencias en cuanto al uso de la escala son importantes, estas serán tomadas en cuenta para ensayos posteriores.</p> <p><b>A. Durante la manipulación</b></p> <p>a. Fluencia: Capacidad de mantener la forma en la cuchara o utensilio utilizado para la dosificación del producto</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p>b. Extensibilidad: Facilidad para extender el producto sobre una superficie. (galleta, tostada...)</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p><b>B. Durante la Ingesta</b></p> <p><b>B.1 En la primera compresión.</b></p> <p>Procedimiento: Coloque ¼ de cucharada de muestra en la boca y presione entre la lengua y el paladar.</p> <p>a. Cuerpo o consistencia: Sensación del grado de compactación del producto en boca; grado de unión entre las partículas del producto en boca.</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p>b. Viscosidad: Facilidad de deformación del producto en la boca.</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p>	<p><b>B.2 Compresiones sucesivas.</b></p> <p>Procedimiento: Presione la muestra entre la lengua y el paladar varias veces más (3 a 8 veces)</p> <p>a. <b>Granosidad:</b> sensación de notar partículas en la boca.</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p>b. Cantidad de partículas: Número de partículas que se notan en boca.</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p>c. El tamaño de partículas en el producto: Tamaño de las partículas presentes en el producto en la textura peribida.</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p><b>B.3 Sensación residual</b></p> <p>Procedimiento: <b>Tragar</b> el producto</p> <p>a. Cubrimiento del producto en boca: cantidad de película residual que queda en la superficie de la boca después de tragar el producto.</p> <p>Q <input type="checkbox"/> (→)</p> <p style="text-align: center;">Ref</p> <p>Gracias.</p>
--	---

**Figura 3.2B. Hoja de cata utilizada para evaluar las suspensiones de fibra en donde se presenta la definición de cada atributo de textura.**

### **III.2.2.3. Análisis estadístico de los resultados obtenidos en la evaluación sensorial.**

Para cada atributo de textura evaluado se llevó a cabo un análisis de la varianza (ANOVA) multifactor utilizando el programa Statgraphics 5.1., para estudiar el efecto del tipo de fibra y el nivel de concentración en la respuesta sensorial.

Con las puntuaciones proporcionadas por los jueces se construyó una tabla de datos que se transformó en perfiles fila y columna y se utilizó para realizar un Análisis de Correspondencias (Peña, 2002), utilizando para ello, el programa SPSS 12.0.

### **III.2.3 Correlación entre las medidas sensoriales y las instrumentales.**

Para relacionar los datos instrumentales con los sensoriales se ha empleado la técnica de la regresión con mínimos cuadrados parciales utilizando el programa Unscrambler. V.9.0.

### **III.3. RESULTADOS Y DISCUSION.**

Dado que el objetivo general planteado en este Capítulo fue establecer una correlación entre la evaluación sensorial e instrumental de las suspensiones de las tres fibras con las que se ha trabajado, se realizaron medidas de las mismas preparaciones desde ambos puntos de vista. Así, se volvieron a preparar suspensiones para realizar medidas instrumentales del comportamiento al flujo de las mismas utilizando diferentes equipos: un reómetro, un viscosímetro de fluido infinito y un consistómetro. Por otra parte, para la evaluación sensorial se realizó, en primer lugar, una selección de los atributos a evaluar, utilizando para ello productos comerciales de características texturales similares a las suspensiones de fibra. Una vez identificados estos atributos, se llevaron a cabo diferentes sesiones de cata de las suspensiones de las distintas fibras. Así, las suspensiones de fibra de limón fueron evaluadas en una primera sesión denominada como Cata I, las de manzana en otra sesión llamada Cata II y las de naranja en otra sesión denominada Cata III. Para cada una de las sesiones de cata se preparó una suspensión de fibra de naranja al 4% utilizada como referencia.

#### **III.3.1. Caracterización instrumental de algunas propiedades texturales de las suspensiones de las fibras.**

##### **III.3.1.1 Caracterización instrumental por medio de reómetros rotacionales.**

Con el fin de tener caracterizado el comportamiento reológico de las mismas suspensiones de fibra preparadas para llevar a cabo la evaluación sensorial, que se describe en el siguiente apartado, se procedió a la obtención de su curva de flujo, de la misma forma que se ha descrito en el capítulo II.

En el caso de las preparaciones de fibra de limón, estas preparaciones coinciden exactamente con las que fueron identificadas como la serie 2 en el Capítulo II, que por lo tanto, fueron las utilizadas también para la evaluación

sensorial. En la **Tabla 3.2** se repiten los valores de los parámetros del modelo HB ajustados a las curvas de flujo estudiadas.

**Tabla 3.2. Valores medios y desviación estándar (DE) de los parámetros obtenidos del ajuste del modelo Herschel-Bulkley a los datos obtenidos en el reograma de las suspensiones de fibra de limón.**

Concentración (%)	$\sigma_0$ (Pa)		k(Pas <sup>n</sup> )		n		R <sup>2</sup>	EEE
	Media	DE	Media	DE	Media	DE		
2,0	7,9	0,7	2,9	0,3	0,53	0,02	99,86	0,3242
2,5	13,3	4,2	11,9	2,8	0,38	0,04	99,35	1,2646
3,0	29,5	6,5	22,9	4,6	0,35	0,03	99,54	1,7178

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación.

Respecto a las suspensiones de fibra de naranja éstas se volvieron a preparar para la evaluación sensorial llevada a cabo en la que se ha identificado como Cata III y, por lo tanto, su comportamiento al flujo fue de nuevo caracterizado. Además, como ya se ha comentado, la suspensión de fibra naranja al 4% fue utilizada como referencia en las pruebas sensoriales de la fibra de limón (Cata I) y de manzana (Cata II). Estas dos preparaciones fueron también caracterizadas en su reograma. Los parámetros del modelo ajustado para la modelización de los datos en todos los casos (ley de Potencia) se muestran en la **Tabla 3.3**. La comparación de los valores para cada concentración da idea de la reproducibilidad del método de preparación de las suspensiones.

**Tabla 3.3 Valores medios y desviación estándar (DE) de los parámetros obtenidos del ajuste del modelo de la Ley de Potencia a los datos obtenidos en el reograma de las suspensiones de fibra de naranja. La preparación a la que corresponde cada modelización se describe en el texto.**

Concentración (%)	Prueba	Modelo					
		k(Pas <sup>n</sup> )		n		R <sup>2</sup>	EEE.
		Media	DE	Media	DE		
3,0	Capítulo II	1,24	0,12	0,85	0,02	99,61	1,245
	Cata III	1,6	0,2	0,81	0,02	99,50	1,468
	Media	1,4	0,3	0,83	0,03		
3,5	Capítulo II	2,0	0,2	0,79	0,02	99,60	1,446
	Cata III	2,9	0,2	0,74	0,02	99,69	1,476
	Tercera	1,81	0,2	0,81	0,02	99,58	1,508
	Media	2,2	0,6	0,78	0,04		
4,0	Capítulo II	3,2	0,3	0,73	0,02	99,57	1,783
	Cata I	3,1	0,2	0,74	0,02	99,69	1,581
	Cata II	3,0	0,2	0,75	0,02	99,72	1,472
	Cata III	4,0	0,3	0,70	0,02	99,64	1,749
	Media	3,3	0,5	0,73	0,02		
5,0	Capítulo II	7,7	0,4	0,636	0,012	99,77	1,969
	Cata III	7,9	0,4	0,6353	0,0107	99,80	1,816
	Media	7,85	0,08	0,631	0,006		

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación.

Así mismo, la **Tabla 3.4** muestra los parámetros que se obtuvieron de la modelización de las curvas de flujo correspondientes a las suspensiones de fibra de manzana preparadas para la caracterización sensorial junto con las obtenidas en la caracterización llevada a cabo en el **Capítulo II**, a fin de observar de nuevo la reproducibilidad del método de preparación de las suspensiones.

**Tabla 3.4. Valores medios y desviación estándar (DE) de los parámetros obtenidos del ajuste del modelo de la Ley de Potencia a los datos obtenidos en el reograma de las suspensiones de fibra de manzana. La preparación a la que corresponde cada modelización se describe en el texto.**

Concentración (%)	Preparación	Modelo					
		k		n		R <sup>2</sup>	EEE.
		Media	DE	Media	DE		
5,0	Capítulo II	2,15	0,06	0,700	0,006	99,89	0,5141
	Cata II	1,94	0,06	0,716	0,006	99,89	0,5150
	Media	2,07	0,12	0,706	0,008		
6,0	Capítulo II	3,11	0,08	0,660	0,006	99,90	0,5904
	Cata II	2,77	0,08	0,67	0,01	99,88	0,6289
	Media	3,0	0,2	0,665	0,009		
8,0	Capítulo II	5,88	0,14	0,582	0,006	99,89	0,8150
	Cata II	5,49	0,15	0,596	0,006	99,85	0,9177
	Media	5,7	0,3	0,5887	0,0099		

EEE: error estándar de la estima; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinación.

### III.3.1.2 Caracterización instrumental por medio de viscosímetro Brookfield (VB) y consistometro Bostwick (CB).

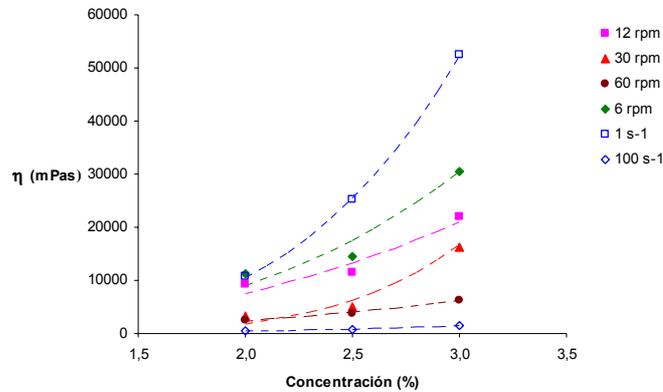
Las mismas muestras preparadas para la evaluación sensorial y que fueron caracterizadas en su curva de flujo, según se ha descrito en el apartado anterior, se caracterizaron también instrumentalmente por medio de estos dos equipos.

#### Suspensiones de fibra de limón.

En el primer caso, para las preparaciones de fibra de limón, en la **Figura 3.3.** se muestra el aumento de la viscosidad aparente a las diferentes velocidades de giro del equipo utilizado (6, 12, 30 y 60 rpm) conforme aumenta la concentración de fibra. Se muestran además, los valores de la viscosidad calculada a 1s<sup>-1</sup> y 100s<sup>-1</sup> según el modelo HB ajustado a los datos obtenidos con el reómetro para estas mismas muestras (**Tabla 3.2**). Como puede observarse, la información obtenida con este equipo refleja el aumento de  $\eta$  que ocurre tanto por aumento de la

---

concentración de fibra en las suspensiones como por la disminución de la velocidad de giro del sensor. Además, se ve que los valores de viscosidad obtenidos con el VB se encuentran entre los obtenidos con el reómetro a  $1\text{s}^{-1}$  y  $100\text{s}^{-1}$ , lo que indica que los gradientes de velocidad generados con el primero en las muestras se encuentran entre estos dos valores. Los datos de viscosidad obtenidos con el VB a las diferentes velocidades fueron correlacionados con la concentración de fibra de limón presente en cada muestra. Para el ajuste de los datos se utilizó un modelo potencial, de la misma forma que se hizo al correlacionar la viscosidad calculada a  $1$  y  $100\text{s}^{-1}$  a partir de los datos obtenidos del reómetro tal y como se ha descrito en el capítulo II (**apartado II.3.3**). La **Tabla 3.5** presenta los valores de los parámetros obtenidos del ajuste. En ella se han incluido de nuevo los correspondientes a los datos del reómetro para esta fibra (**Tabla 3.2**). Así mismo, la **Figura 3.3** muestra el comportamiento predicho por el modelo ajustado. Como puede observarse, este modelo reproduce mejor el comportamiento de los datos obtenidos a partir del reómetro y en el caso de los obtenidos con el viscosímetro Brookfield mejor cuanto mayor es la velocidad de giro del sensor. Para estos últimos datos se probó con un ajuste exponencial de variación de la viscosidad con la concentración sin que se obtuviera una mejora significativa en la predicción del comportamiento.



**Figura 3.3.** Valores de viscosidad  $\eta$  (mPas) obtenidos por medio del viscosímetro Brookfield en función de la concentración de las suspensiones de fibra de limón. Se muestran también los valores de viscosidad calculada a  $1\text{s}^{-1}$  y  $100\text{s}^{-1}$  a partir de los datos obtenidos en el reómetro (Tabla 3.3, apartado III.3.1.1)

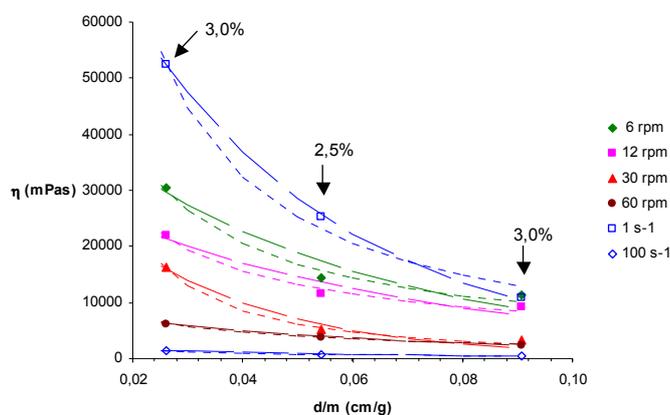
**Tabla 3.5.** Valor de los parámetros obtenidos del ajuste potencial ( $\eta = AC^b$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la concentración C (%).

	A		b			
Velocidad	Media	DE	Media	DE	R <sup>2</sup>	EEE
6 rpm	1127	1051	3,0	0,9	86,95	3722
12 rpm	1346	1075	2,5	0,8	85,29	2610
30 rpm	44	64	5,4	1,3	94,34	1671
60 rpm	445	103	2,4	0,2	98,59	227
1 s-1	682	39	3,95	0,05	99,98	305
100 s-1	48,4	1,2	3,10	0,02	99,99	5

Por su parte, los datos de consistencia obtenidos con el CB (**Figura 3.4**) también reflejan un aumento de la misma (disminución de la distancia de avance de la muestra) cuando aumenta la concentración de fibra de limón en la suspensión.

En la **Figura 3.4** se muestra la relación entre los valores de viscosidad y los de consistencia, de manera que al disminuir la primera, aumenta la distancia de

avance. Esto se nota en todos los valores de viscosidad obtenidos en el intervalo estudiado entre  $1\text{s}^{-1}$  y  $100\text{s}^{-1}$ . Para modelizar la relación observada entre ambos parámetros se hicieron ajustes potenciales y exponenciales de los datos. Las **Tablas 3.6 (A y B)** muestran los resultados obtenidos y la Figura 3.4 el comportamiento predicho.



**Figura 3.4.** Relación entre los valores de viscosidad  $\eta$  obtenidos con el VB o las calculadas a  $1$  y  $100\text{s}^{-1}$  a partir de los datos del reómetro y la distancia de avance de la muestra ( $d/m$ ) medida en el CB para las preparaciones de fibra de limón a las tres concentraciones estudiadas. Las líneas representan el comportamiento predicho por el modelo potencia (.....) y exponencial (- - -) ajustado.

**Tabla 3.6A Valor de los parámetros obtenidos del ajuste potencial ( $\eta = A(CB)^b$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la distancia de avance de la muestra (d/m) medida en el CB.**

Velocidad	A		b		R <sup>2</sup>	EEE
	Media	DE	Media	DE		
6 rpm	1207	503	-0,88	0,12	96,98	1790
12 rpm	1355	501	-0,76	0,11	96,50	1275
30 rpm	81	42	-1,45	0,15	98,94	724
60 rpm	462	68	-0,72	0,04	99,37	152
1 s <sup>-1</sup>	878	451	-1,12	0,15	97,82	3118
100 s <sup>-1</sup>	55	24	-0,90	0,13	97,04	90

**Tabla 3.6B. Valor de los parámetros obtenidos del ajuste exponencial ( $\eta = Aexp^{b(CB)}$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la distancia de avance de la muestra (d/m) medida en el CB.**

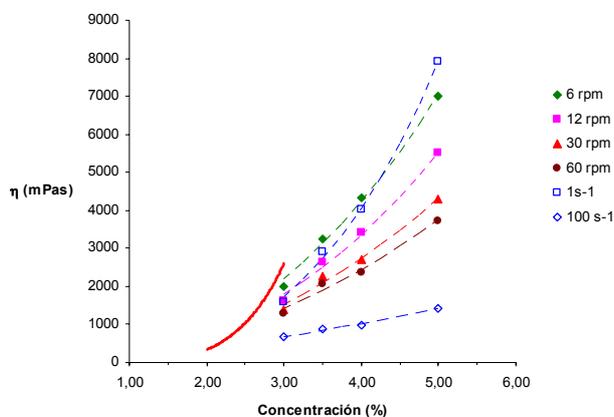
Velocidad	A		b		R <sup>2</sup>	EEE
	Media	DE	Media	DE		
6 rpm	48254	12026	-19	6	85,60	3910
12 rpm	32127	7356	-16	5	83,81	2738
30 rpm	39164	11593	-34	9	93,72	1760
60 rpm	9164	685	-15,1	1,7	98,11	263
1 s <sup>-1</sup>	100641	2671	-25,1	0,7	99,91	642
100 s <sup>-1</sup>	2430	45	-19,6	0,5	99,93	14

Como puede observarse, el modelo potencial fue más adecuado que el exponencial al correlacionar la viscosidad obtenida con el VB a las diferentes velocidades con la concentración, mientras que para los datos del reómetro fue mejor la correlación exponencial entre ambas variables.

### Suspensiones de fibra de naranja.

En el caso de las suspensiones de naranja, la **Figura 3.5.** muestra el aumento de la viscosidad con el aumento de la concentración y también con la disminución del gradiente de velocidad, como en el caso de las preparaciones de fibra de limón. Se presenta además el comportamiento correspondiente a disoluciones de pectina

de diferente concentración medida en un viscosímetro Brookfield a 2 rpm (Saldaña et al., 2000). Esto se hizo con el fin de conocer la viscosidad de la disolución de pectina al 2% utilizada como base para la preparación de las fibras de naranja y manzana para evitar la sedimentación de partículas. Como puede observarse en la figura, la viscosidad obtenida al preparar una disolución de pectina al 3% es mayor que cuando se prepara una dispersión de fibra de naranja al 3% en una disolución de pectina al 2%, lo que indica el mayor carácter espesante de este hidrocoloide, al que la fibra de naranja contribuye poco probablemente por el bajo contenido en pectina hidrosoluble presente en ella (**Tabla 1.4, Capítulo I**). Por otra parte, se observa que la variación de la viscosidad por el efecto del gradiente de velocidad es más marcada a concentraciones de fibra más altas. En el caso de esta fibra, también se observa en general que todos los valores de viscosidad obtenidos con el VB se encuentran entre los obtenidos con el reómetro a 1 y 100s<sup>-1</sup>.



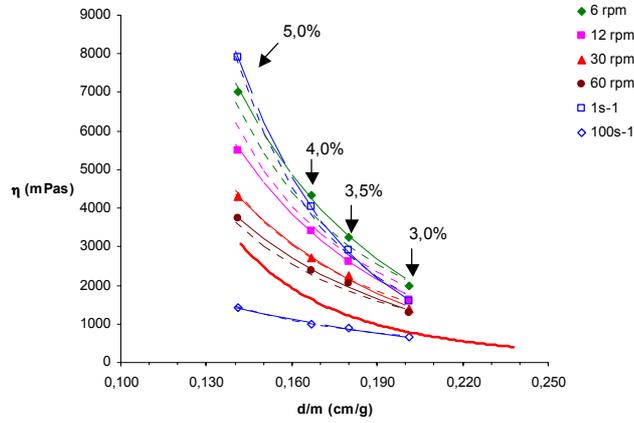
**Figura 3.5.** Valores de viscosidad  $\eta$  (mPas) obtenidos por medio del viscosímetro Brookfield en función de la concentración de las suspensiones de fibra de naranja. Se muestran también los valores de viscosidad calculada a 1s<sup>-1</sup> y 100s<sup>-1</sup> a partir de los datos obtenidos en el reómetro para la misma muestra (Tabla 3.3, apartado III.3.1.1., preparación Cata III), y los valores correspondientes a disoluciones de pectina obtenidos a 2 rpm (Saldaña et al., 2000)

En este caso, el modelo que produjo mejor la relación entre valores de viscosidad y los de concentración de las preparaciones de naranja fue en todos los casos, el potencial, ajustado por un procedimiento de regresión no-lineal. La **Tabla 3.7** muestra el valor de los parámetros obtenidos y la **Figura 3.5** las curvas predichas en cada caso.

**Tabla 3.7. Valor de los parámetros obtenidos del ajuste potencial ( $\eta = AC^b$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la concentración C(%) para la fibra de naranja.**

Velocidad	A		b			
	Media	DE	Media	DE	R <sup>2</sup>	EEE
6 rpm	180	33	2,28	0,12	99,26	183
12 rpm	155	28	2,22	0,12	99,23	144
30 rpm	165	38	2,03	0,15	98,43	153
60 rpm	174	42	1,91	0,16	98,03	142
1 s <sup>-1</sup>	67	11	2,97	0,11	99,69	152
100 s <sup>-1</sup>	141	18	1,43	0,08	98,93	33

Por otra parte, la **Figura 3.6** muestra para las suspensiones de fibra de naranja de diferente concentración la relación entre los valores de viscosidad  $\eta$  (mPas) y la relación distancia/masa (cm/g) del CB, junto con los valores de disoluciones de pectina (Saldaña et al., 2000). Como en el caso de las fibras de limón, se observa que cuanto menor es la viscosidad, lo que se consigue para todas las concentraciones de la fibra cuanto mayor es la velocidad de giro de la aguja de medida utilizada, la distancia de avance en el CB es mayor. El ajuste realizado entre los valores de viscosidad del VB y los de d/m del CB se hizo de nuevo en este caso mediante modelos potenciales y exponenciales (**Tablas 3.8 A y B**), siendo, en este caso, el modelo exponencial el que mejor reprodujo la relación entre ambas variables.



**Figura 3.6.** Relación entre los valores de viscosidad  $\eta$  obtenidos con el VB o las calculadas a 1 y  $100\text{s}^{-1}$  a partir de los datos del reómetro y la distancia de avance de la muestra ( $d/m$ ) medida en el CB para las preparaciones de fibra de naranja a las cuatro concentraciones estudiadas, y los valores correspondientes de las disoluciones de pectina obtenidos a 2 rpm (Saldaña et al., 2000). Las líneas representan el comportamiento predicho por el modelo potencia (.....) y exponencial (- - -) ajustado.

**Tabla 3.8A.** Valor de los parámetros obtenidos del ajuste potencial ( $\eta = A(CB)^b$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la distancia de avance de la muestra ( $d/m$ ) medida en el CB para las fibras de naranja.

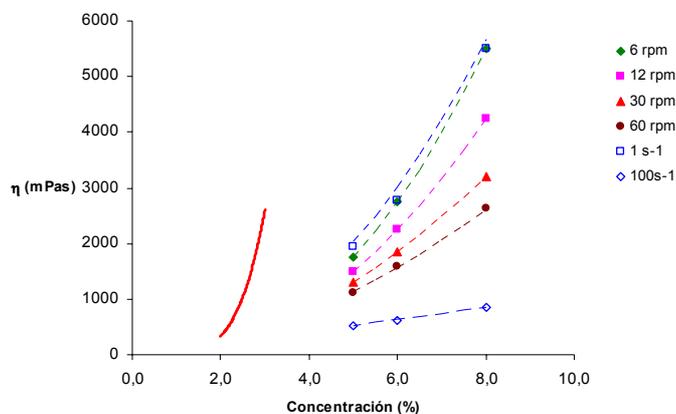
Velocidad	A		b			
	Media	DE	Media	DE	$R^2$	EEE
6 rpm	13	6	-3,2	0,2	98,61	251
12 rpm	12	5	-3,2	0,2	98,75	184
30 rpm	15	6	-2,9	0,2	98,61	143
60 rpm	18	7	-2,7	0,2	98,44	127
$1\text{ s}^{-1}$	2,1	0,7	-4,19	0,17	99,60	172
$100\text{ s}^{-1}$	25	3	-2,06	0,06	99,71	17

**Tabla 3.8B. Valor de los parámetros obtenidos del ajuste exponencial ( $\eta = A \exp^{b(CB)}$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la distancia de avance de la muestra (d/m) medida en el CB para la fibra de naranja.**

Velocidad	A		b		R <sup>2</sup>	EEE
	Media	DE	Media	DE		
6 rpm	117364	15162	-19,9	0,8	99,58	138
12 rpm	85723	9607	-19,4	0,7	99,66	95
30 rpm	52889	7235	-17,8	0,9	99,39	95
60 rpm	39298	5883	-16,7	0,9	99,17	92
1 s <sup>-1</sup>	311593	15758	-26,1	0,3	99,96	51
100 s <sup>-1</sup>	8231	688	-12,5	0,5	99,52	22

#### Suspensiones de fibra de manzana.

De la misma forma, para las preparaciones con fibra de manzana, la **Figura 3.7** muestra las relaciones viscosidad-concentración. La viscosidad aumenta con la concentración de acuerdo a una relación potencial (**Tabla 3.9**). Los resultados obtenidos del VB confirman la menor viscosidad desarrollada por las preparaciones obtenidas a partir de fibra de manzana que con las de naranja o limón, efecto asociado a la elevada presencia de componentes solubles diferentes a la pectina. Estos podrían ser componentes de bajo peso molecular como azúcares, que no contribuyen de forma importante a crear una red tridimensional como la que forma la pectina. Este efecto de la pectina se comprueba al comparar la viscosidad desarrollada por este hidrocoloide en comparación con la de las suspensiones que contienen fibra de manzana.



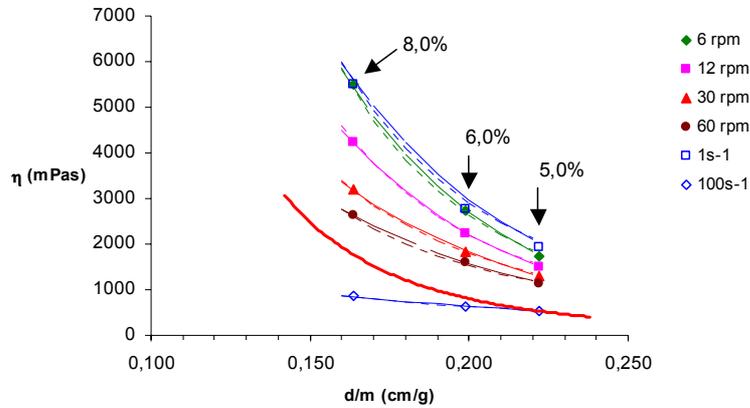
**Figura 3.7.** Valores de viscosidad  $\eta$  (mPas) obtenidas por medio del viscosímetro Brookfield en función de la concentración de las suspensiones de fibra de manzana. Se muestran también los valores de viscosidad calculada a  $1\text{s}^{-1}$  y  $100\text{s}^{-1}$  a partir de los datos obtenidos en el reómetro (Tabla 3.4., apartado III.3.1.1., preparación Cata II) y los valores correspondientes de las disoluciones de pectina obtenidos a 2 rpm (Saldaña et al., 2000).

Por otra parte se observa como en este caso, al igual que ocurría en las preparaciones de fibra de limón, las viscosidades obtenidas con el VB a cualquier velocidad de giro se encuentran entre los obtenidos con el reómetro a  $1\text{s}^{-1}$  y  $100\text{s}^{-1}$ , lo que indica que con el VB se generan gradientes de velocidad en la muestra comprendidos en ese intervalo. En concreto, parece que los conseguidos a 6 rpm son del orden de  $1\text{s}^{-1}$ .

**Tabla 3.9. Valor de los parámetros obtenidos del ajuste potencial ( $\eta = AC^b$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la concentración C(%) para la fibra de manzana.**

Velocidad	A		b		R <sup>2</sup>	EEE
	Media	DE	Media	DE		
6 rpm	35,6	1,1	2,43	0,02	99,99	15
12 rpm	42,6	0,2	2,213	0,002	99,99	2
30 rpm	60,0	0,8	1,91	0,01	99,99	5
60 rpm	66	6	1,77	0,04	99,87	28
1 s <sup>-1</sup>	61	5	2,18	0,04	99,93	49
100 s <sup>-1</sup>	107	2	1,00	0,01	99,98	2

La relación entre la viscosidad del VB y la distancia/masa (cm/g) del CB representados en la **Figura 3.8** responde a una pauta de comportamiento similar a la descrita para la preparación con fibra de limón y naranja pudiendo ser de nuevo los datos ajustados a un modelo potencial o exponencial según los casos (**Tablas 3.10 A y B**).



**Figura 3.8.** Relación entre los valores de viscosidad  $\eta$  obtenidos con el VB y la distancia de avance de la muestra ( $d/m$ ) medida en el CB para las preparaciones de fibra de manzana a las tres concentraciones estudiadas, y los valores correspondientes de las disoluciones de pectina obtenidos entre 2 y 20 rpm (Saldaña et al., 2000).

**Tabla 3.10A.** Valor de los parámetros obtenidos del ajuste potencial ( $\eta = A(CB)^b$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la distancia de avance de la muestra ( $d/m$ ) medida en el CB para las suspensiones de fibra de manzana.

Velocidad	A		b		R <sup>2</sup>	EEE
	Media	DE	Media	DE		
6 rpm	8	2	-3,6	0,13	99,79	89
12 rpm	11	2	-3,293	0,103	99,83	59
30 rpm	18	3	-2,9	0,1	99,78	46
60 rpm	22	6	-2,64	0,15	99,37	61
1 s <sup>-1</sup>	16	1	-3,24	0,03	99,98	26
100 s <sup>-1</sup>	56	4	-1,50	0,04	99,87	6

**Tabla 3.10B. Valor de los parámetros obtenidos del ajuste exponencial ( $\eta = A \exp^{b(CB)}$ ) realizado entre la viscosidad (mPas) y la distancia de avance de la muestra (d/m) medida en el CB para las suspensiones de fibra de manzana.**

Velocidad	A		b			
	Media	DE	Media	DE	R <sup>2</sup>	EEE
6 rpm	128722	2007	-19,3	0,1	99,99	11
12 rpm	75576	131	-17,65	0,01	100,0	0,9933
30 rpm	38440	191	-15,25	0,03	99,99	2,31
60 rpm	26367	1735	-14,1	0,4	99,88	26
1 s <sup>-1</sup>	96753	6685	-17,4	0,4	99,92	53
100 s <sup>-1</sup>	3138	53	-8,0	0,1	99,97	2,56

### III.3.2. Evaluación sensorial de algunas propiedades texturales de las suspensiones de las fibras.

#### III.3.2.1. Selección de los atributos de textura a evaluar.

Como se ha comentado en la metodología, para la selección de los atributos se utilizaron productos comerciales con textura similar a la de suspensiones de fibra con los que se ha trabajado. En la **Figura 3.9. (A y B)** se muestra el resultado de la distribución de los atributos de textura evaluados sensorialmente utilizando la técnica multivariante multidimensional *scaling*, que por medio de dos dimensiones permite configurar un plano. La técnica multivariante multidimensional es un conjunto de técnicas, que también se conocen como *mapping perceptivo*, que parte de los juicios de similitud o preferencia de objetos (instituciones, firmas, productos, etc.) expresado por los sujetos, que se representan por medio de una matriz de similitud o disimilitud. Estas (di)similitudes son convertidas en *distancias* entre los objetos, lo que permite representarlos en un espacio multidimensional. La correspondencia entre (di)similitudes observadas y las distancias resultantes de la aplicación del procedimiento debe ser máxima en algún sentido, es decir, los objetos o estímulos percibidos similares mostrarán distancias bajas y los no similares las mostrarán elevadas. Se pretende pues con la técnica,

emparejar la distancia con la similaridad percibida de una forma óptima (Martínez, 1999).

En este caso, de acuerdo al posicionamiento de los atributos en el espacio se observa como los atributos de pegajosidad y elasticidad son los más distantes en el plano respecto al resto cuando se consideran las dos catas realizadas. Por este motivo, se consideró que ninguno de estos dos atributos parece importante a la hora de definir la textura de este tipo de producto.

Por lo tanto, de acuerdo a esta técnica multivariante, los atributos seleccionados como más adecuados para la definición de la textura en los productos comerciales analizados fueron: la fluencia, la extensibilidad, el cuerpo o consistencia, la viscosidad, la granulosis, la cantidad y tamaño de partículas y el recubrimiento del producto en boca, cada uno de los cuales respondiendo a la definición dada en la **Figura 3.2B**.

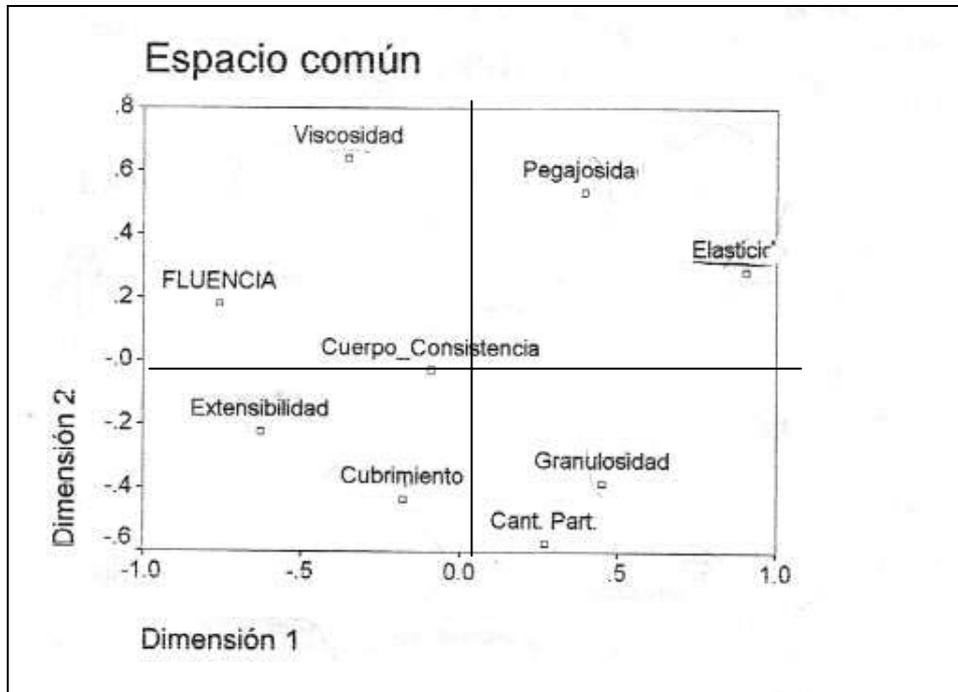
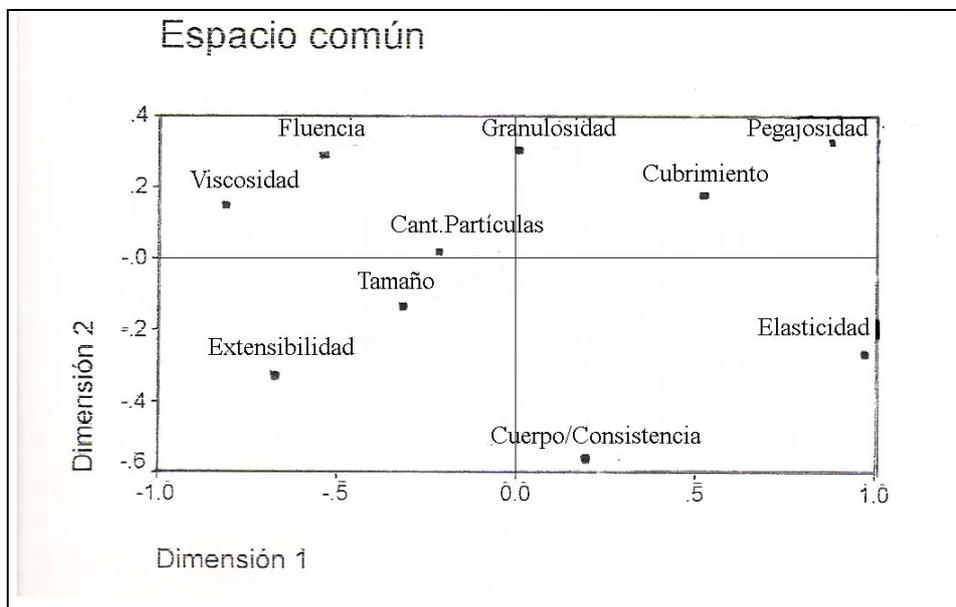


Figura 3.9A. Resultado de la distribución (mapping) de los atributos de textura evaluados sensorialmente a los productos comerciales de las catas A (Figura 3.9A) y B (Figura 3.9B) mediante la técnica multivariante multidimensional *scaling*.



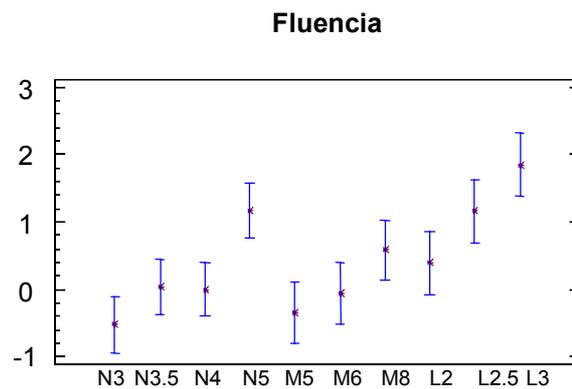
**Figura 3.9B.** Resultado de la distribución (mapping) de los atributos de textura evaluados sensorialmente a los productos comerciales de las catas A (Figura 3.9A) y B (Figura 3.9B) mediante la técnica multivariante multidimensional *scaling*.

### III.3.2.2. Evaluación sensorial de los atributos de textura seleccionados en las suspensiones de fibra.

Una vez seleccionados los atributos más importantes a la hora de definir la textura de este tipo de productos, se procedió a la evaluación sensorial de cada uno de estos atributos en las mismas preparaciones de fibra de limón, naranja y manzana que habían sido caracterizadas instrumentalmente.

Con los resultados obtenidos se realizó un ANOVA multifactorial siendo los 8 atributos las variables dependientes, con dos factores de categoría (catador y tipo de fibra) y un factor cuantitativo (concentración de fibra). En las **Figuras 3.10 a 3.17** se presentan, para cada tipo de fibra, y nivel de concentración, el valor medio de la puntuación dada por todos los jueces para cada uno de los atributos seleccionados, junto con sus intervalos LSD al 95%. En ellas las fibras de naranja,

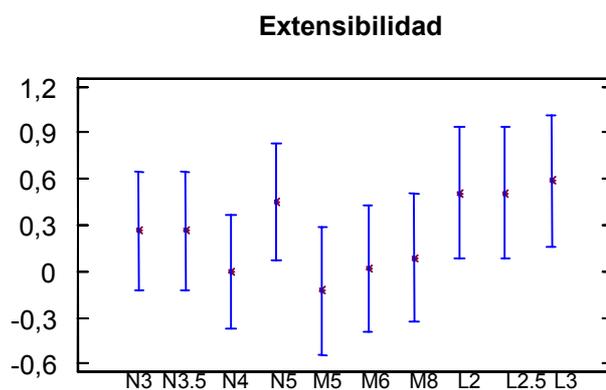
manzana y limón han sido codificados con las letras N, M y L, respectivamente, y el número que las acompaña hace referencia a la concentración. En la **Figura 3.10** se presentan los valores para el atributo de fluencia, que muestran para cada tipo de fibra un valor medio ligeramente mayor a las concentraciones más altas, N5, M8 y L3, siendo únicamente el caso de la fibra de naranja a la máxima concentración (N5) el que presentó diferencias significativas respecto a su grupo. La mayor magnitud de las calificaciones de fluencia a mayores concentraciones es debida a que dicha propiedad fue calificada de acuerdo a la capacidad de la muestra de mantener la forma en la cuchara, por lo que las mayores concentraciones obtuvieron las calificaciones más altas.



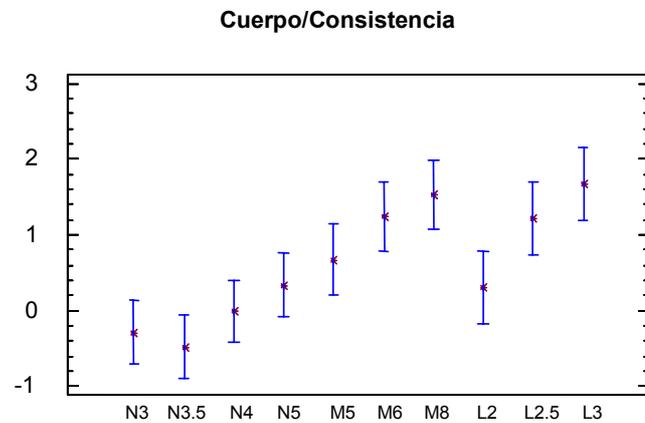
**Figura 3.10. Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo fluencia en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.**

En el atributo de extensibilidad mostrado en la **Figura 3.11**, se observan pocas diferencias entre las muestras analizadas con valores medios levemente superiores

en las preparaciones de limón, L2, L2.5 y L3 pero sin llegar a ser diferentes significativamente con las otras preparaciones. Por su parte, el atributo cuerpo-consistencia mostrado en la **Figura 3.12**. presenta una tendencia al aumento con la concentración de la fibra, pero sin existir una diferencia significativa entre las diferentes muestras ni por tipo de fibra ni por nivel de concentración.



**Figura 3.11.** Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo extensibilidad en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.

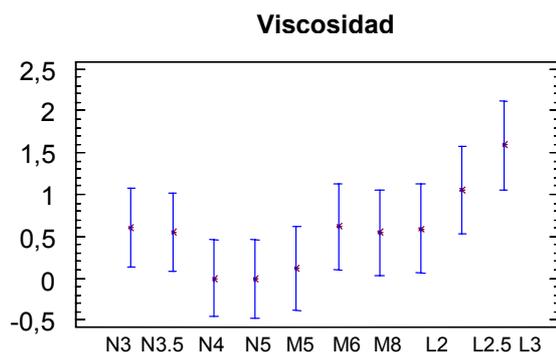


**Figura 3.12.** Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo cuerpo/consistencia en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.

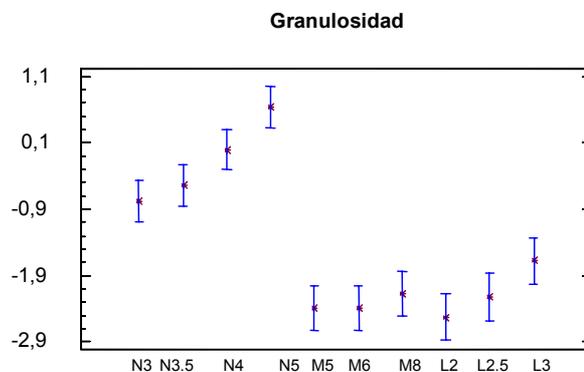
En el atributo de viscosidad, mostrado en la **Figura 3.15.**, no se aprecian diferencias significativas entre los diferentes tipos de preparaciones de fibra siendo sin embargo las muestras de limón, L2.5 y L3 ligeramente mayores en el conjunto de las preparaciones.

Respecto a la evaluación de las preparaciones durante la ingesta en compresiones sucesivas destacan las propiedades relacionadas con la presencia de partículas (**Figuras 3.14 a 3.16**), en donde la granulosis, cantidad y tamaño de partículas si que presentaron diferencias significativas entre las muestras. En concreto, las muestras correspondientes a las preparacione con fibra de naranja (N3 a N5) se destacan como un grupo diferenciado del resto, con valores más altos de los tres atributos. Además en general, para todas las fibras y especial para la naranja, se nota un incremento del valor medio de las calificaciones dadas al

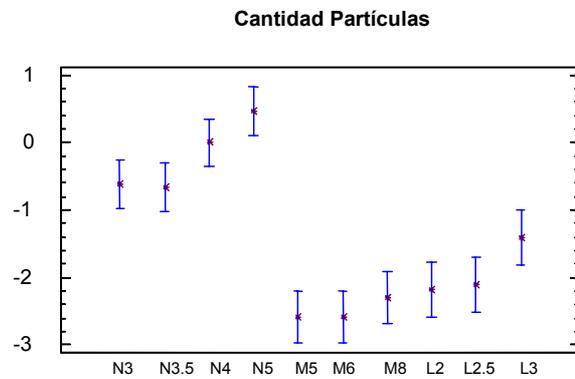
aumentar la concentración, sin que este aumento llegue a ser estadísticamente significativo. Esto estaría indicando un tamaño de partícula de la fibra de naranja mayor que el de las otras dos.



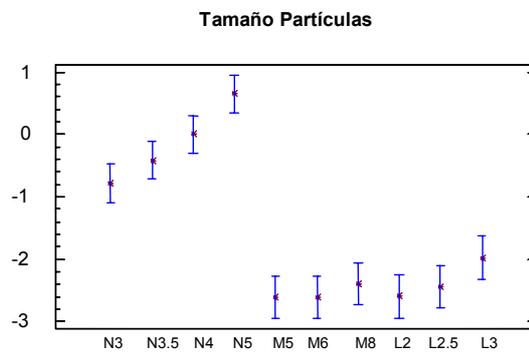
**Figura 3.13.** Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo viscosidad en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.



**Figura 3.14.** Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo granulosidad en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.



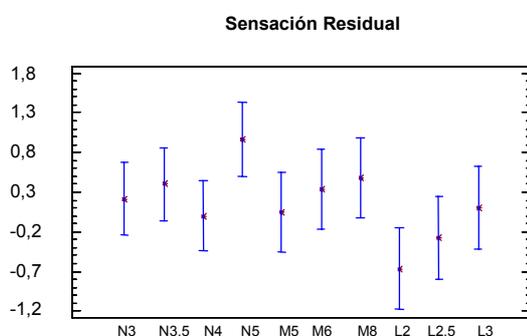
**Figura 3.15.** Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo cantidad de partículas en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.



**Figura 3.16.** Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo tamaño de partículas en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.

Finalmente, dentro de este ANOVA multifactorial de las propiedades de textura de las preparaciones de fibra, el cubrimiento o sensación residual mostrado en la **Figura 3.17** no presentó una clara diferencia entre las muestras, a pesar de

que en el caso de la preparación N5 parece tener un valor medio mayor que el resto de preparaciones. Entre cada grupo de preparaciones como el caso de las fibras de manzana (M5 a M8) y el limón (L2 a L3), los valores medios de la sensación residual parecen tener una ligera tendencia al aumento pero sin ser diferentes significativamente.



**Figura 3.17. Gráfico de medias con el intervalo LSD (diferencia mínima significativa) al 95% para la puntuación dada por los jueces al atributo sensación residual en las distintas preparaciones con fibra de naranja (N), manzana (M) y limón (L) a las diferentes concentraciones utilizadas en cada caso.**

Con el fin de facilitar la interpretación de los resultados sensoriales obtenidos, se realizó un análisis de correspondencias, descrito con más detallan la introducción de este capítulo (**apartado III.1.2**). Para ello, se estableció una codificación de los productos y de los atributos de textura seleccionados en perfiles fila y columna, respectivamente. La **Tabla 3.11** muestra estos códigos para el perfil fila, mientras que los códigos para el perfil columna fueron: FL\_; fluencia, EX\_; extensibilidad, CO\_; consistencia, VI\_; viscosidad, GR\_; granulosidad, CP\_;

cantidad de partículas, TP\_; tamaño de partículas, y SR\_; sensación residual (cubrimiento).

**Tabla 3.11. Códigos utilizados para el perfil fila (productos) en el análisis de correspondencia.**

Código	Fibra	Concentraciones %
1	Limón	2
2		2.5
3		3
4	Manzana	5
5		6
6		8
7	Naranja	3
8		3.5
9		5
10		4

Para construir la tabla de los perfiles fila y columna en primer lugar se sumó, a la puntuación dada por cada juez a cada atributo, un valor fijo (4) que permitiera transformar todas las puntuaciones en valores positivos. Seguidamente, a cada producto y para cada atributo se asignó un número con una valoración positiva, que se corresponde con la suma de las puntuaciones de los jueces, y otro con una negativa, que es la diferencia entre el valor máximo que podría haber obtenido el atributo y su valoración positiva. De este modo cada producto queda descrito por una valoración positiva y otra negativa de cada uno de los atributos analizados. A partir de esta tabla, el AC utiliza la distancia Chi-cuadrado para elaborar una matriz de coordenadas (distancias) midiendo las distancias entre las filas o las columnas y sus perfiles medios respectivos. Este perfil medio, conocido como centro de gravedad aparecerá situado en el origen de coordenadas. La media de las distancias de cada punto de una fila, columna o todos los elementos de la tabla al centro de

gravedad recibe el nombre de inercia de filas, columnas o total, respectivamente. Una inercia baja significa que las categorías están situadas muy cerca del centro de gravedad y que por lo tanto son muy similares; mientras que altos valores de inercia en determinadas categorías implican grandes diferencias del perfil medio de las filas o columnas. Posteriormente, mediante un análisis factorial, se trata de maximizar el porcentaje de varianza o inercia explicada. Para ello se procede a diagonalizar la matriz de distancias (varianzas-covarianzas) con el fin de calcular los valores propios y sus vectores propios asociados que definirán los nuevos ejes sobre los que se proyectará la nube de puntos de las filas o las columnas. Cuando la cantidad de varianza explicada con los primeros factores sea alta bastará con seleccionar un pequeño número de éstos, dos o tres, y representar la nube de puntos sobre gráficos de dos o tres dimensiones, obteniendo así una visión simplificada de las relaciones.

El tratamiento de los resultados obtenidos del análisis sensorial mediante el AC en este caso puso de manifiesto la existencia de dos factores o dimensiones, que permiten explicar un 92,7% de la varianza o inercia observada, lo cual es un porcentaje bastante elevado si se toma en consideración que suele admitirse como adecuado un 60% de la varianza explicada (Miró et al., 2003). El primer factor explica un 76,0% de la varianza y el segundo un 16,8%, como puede verse en la **Tabla 3.12.**

**Tabla 3.12. Resumen del resultado del análisis de correspondencias mostrando la varianza explicada y acumulada de los dos factores utilizados para el análisis de los resultados sensoriales.**

Dimensión	Valor propio	Inercia	Proporción de inercia	
			Explicada	Acumulada
1	.202	.041	.760	.760
2	.095	.009	.168	.927

El análisis de las contribuciones de cada fila y columna (**Tablas 3.13 y 3.14**) muestra que las dos dimensiones retenidas explican, en general, un alto porcentaje de la variabilidad de los productos y de los atributos (contribuciones de la dimensión a la inercia del punto), respectivamente.

**Tabla 3.13 Contribuciones absolutas y relativas de las filas (productos)**

Fila	Contribución				
	De los puntos a la inercia de la dimensión		De la dimensión a la inercia del punto		
	1	2	1	2	Total
1	.068	.032	.694	.071	.765
2	.052	.074	.705	.221	.926
3	.006	.407	.054	.865	.919
4	.084	.114	.716	.215	.930
5	.090	.007	.879	.015	.893
6	.055	.031	.740	.092	.832
7	.069	.176	.583	.330	.913
8	.113	.083	.825	.134	.959
9	.463	.077	.943	.035	.977
Total activo	1.000	1.000			

**Tabla 3.14. Contribuciones absolutas y relativas de las columnas (atributos sensoriales)**

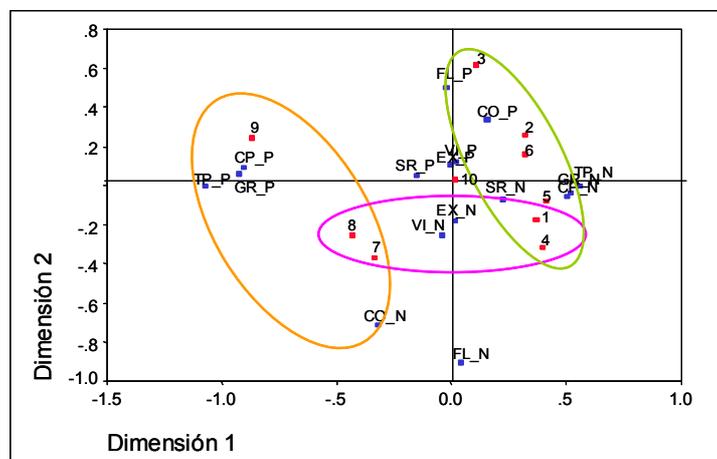
Columna (*)	Contribución				
	De los puntos a la inercia de la dimensión		De la dimensión a la inercia del punto		
	1	2	1	2	Total
FL_P	.000	.215	.004	.949	.953
EX_P	.000	.010	.004	.440	.445
CO_P	.010	.102	.264	.611	.875
VI_P	.000	.014	.010	.216	.226
GR_P	.190	.002	.992	.002	.994
CP_P	.181	.004	.980	.005	.985
TP_P	.243	.000	.999	.000	.999
SR_P	.009	.002	.423	.020	.443
FL_N	.000	.387	.004	.949	.953
EX_N	.000	.016	.004	.440	.445
CO_N	.020	.214	.264	.611	.875
VI_N	.000	.028	.010	.216	.226
GR_N	.106	.001	.992	.002	.994
CP_N	.101	.002	.980	.005	.985
TP_N	.126	.000	.999	.000	.999
SR_N	.013	.003	.423	.020	.443
Total activo	1.000	1.000			

(\*) Para cada atributo, P= valoración positiva y N= valoración negativa.

A partir de los valores de contribución de los perfiles fila y columna presentes en las **Tablas 3.13 y 3.14**, se puede obtener la representación gráfica de todos ellos en un plano bidimensional (**Figura 3.18**).

Como puede observarse en la **Figura 3.18**, la primera dimensión separa claramente los productos 7, 8 y 9 del resto. Éstos corresponden a los productos de naranja. La diferencia fundamental entre ellos está relacionada con la presencia de partículas ya que los atributos cantidad de partículas, granulosidad y tamaño de partículas aparecen como más diferenciadores. Los productos formulados con

naranja tienen los valores más altos en estos tres atributos sensoriales. La segunda dimensión está asociada a la fluencia y consistencia. En general mayores concentraciones de todas las suspensiones de fibra se corresponden con productos con valores más altos en cuanto a la capacidad de mantener la forma en la cuchara (que fue la forma como se evaluó la fluencia) y a la consistencia (productos 2, 3, 6 y 9) y menores concentraciones unos valores bajos (productos 7, 8, 1, 4, 5).



**Figura 3.18.** Gráfico que muestra el resultado obtenido por medio del análisis de correspondencia.

De la interpretación del plano generado por las dos dimensiones se han formado grupos, que se han señalado con círculos en la **Figura 3.18**. Cada uno de estos grupos presenta un perfil sensorial diferente. En el primer grupo se encuentran los productos 7, 8 y 9 los cuales presentan una mayor diferenciación de las propiedades relacionadas con la presencia de partículas dado por la dimensión 1, siendo el caso del producto 9 el más destacado. A su vez, los productos 7 y 8 presentan valores menores de la dimensión 2, en relación con su menor fluencia y consistencia. Así, la interacción de ambas dimensiones da lugar a este grupo o perfil sensorial particular.

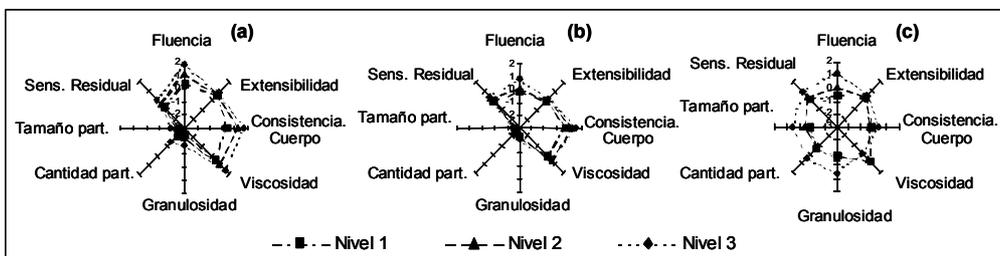
El segundo grupo podría estar formado por los productos 7 y 8 junto con los productos 1 y 4. Todos ellos presentan valores similares de la dimensión 2 (fluencia-consistencia) y existe una clara separación entre ambas parejas por medio de la dimensión 1, relacionada con la presencia de partículas. Ésta fue menor en las preparaciones de menor concentración de fibra de limón (producto 1) y de fibra de manzana (producto 4) y mayor en los productos de naranja (7 y 8).

El tercer grupo está dominado por la influencia de la dimensión 2 y está compuesto por los productos 2, 3 y 6, que presentan valores más altos de las propiedades de fluencia y consistencia y los productos 1 y 4, que estarían en la zona opuesta en cuanto a la dimensión 2. Esto permite comprobar como el nivel más bajo de concentración de la preparación de fibra de manzana (producto 4) fue diferenciado en estas propiedades con el nivel más alto de concentración de la preparación de fibra de manzana (producto 6). Lo anterior también puede notarse con las preparaciones de fibra de limón, las cuales aumentan sus valores en la dimensión 2 conforme aumenta la concentración de las mismas, pasando desde el producto 1 a un bajo nivel, al producto 2 con un aumento importante hasta llegar al producto 3, que presenta el valor más alto de ambas propiedades.

En cuanto a los atributos centrados o cercanos al origen de la **Figura 3.18**, es decir, la extensibilidad, la viscosidad y la sensación residual, fueron los atributos que menos aportaron a la variabilidad explicada de ambas dimensiones. Esto indica que los jueces no encontraron diferencias entre los productos para estos atributos, lo que puede deberse quizá a la dificultad de calificarlos, al gran parecido entre los productos o a la falta de entrenamiento de los jueces para evaluar atributos tan complejos.

Como complemento a la **Figura 3.18**, se presenta, en la **Figura 3.19**, una serie de gráficos de red para cada tipo de fibra obtenido con el valor medio de la valoración de los jueces para cada nivel de concentración. En esta Figura, se nota

como los niveles del producto de naranja (c) tienen altos valores en los atributos relacionados con la cantidad de partículas, tales como tamaño de partícula, cantidad de partículas y granulosidad cuando se comparan con los productos de limón (a) y manzana (b), lo que coincide con lo comentado anteriormente por medio de la Dimensión 1 del análisis de correspondencias. En cuanto a las propiedades de fluencia y cuerpo/consistencia que se muestran en la **Figura 3.19**, los productos de limón y naranja muestran un comportamiento similar, que sin embargo por medio de la Dimensión 2 del AC se logra una mejor separación e interpretación de ambos atributos. En cuanto a los atributos extensibilidad, viscosidad y sensación residual mostrados en la **Figura 3.19**, puede notarse una cierta similitud entre los tres tipos de productos confirmando con ello la dificultad observada en el análisis de complementos en la determinación de estas propiedades.



**Figura 3.19.** Gráfico de red para cada formulación, (a) limón, (b) manzana, y (c) naranja de acuerdo al valor medio de la valoración de los jueces para cada nivel de concentración estudiado. Para el limón los niveles 1, 2 y 3 corresponden a 2; 2,5 y 3%, en el caso de la manzana dichos niveles fueron 5, 6 y 8% y para el caso de naranja corresponden a 3; 3,5 y 5%.

### III.3.3. Correlación entre los resultados sensoriales y las medidas instrumentales.

Como se ha citado en la metodología, para llevar a cabo una evaluación de posibles relaciones entre las respuestas sensoriales e instrumentales se utilizó la técnica multivariante de regresión PLS, para ello se utilizó la codificación de las muestras que se presenta en la **Tabla 3.15** y se elaboraron las **Tablas 3.16 a 3.18**.

En el caso de la **Tabla 3.16** se presentan los valores sensoriales medios, llamados aquí variables de respuesta (Y), de cada atributo de textura y para cada nivel de concentración de la preparación de fibra. Los valores sensoriales medios fueron obtenidos de acuerdo al promedio del total de las calificaciones dadas por los jueces en cada tipo de preparación de fibra. Cada producto representado en cada fila de la **Tabla 3.16** se corresponderá con el mismo producto de su respectivo código y fila de las **Tablas 3.17 y 3.18**. Con ello, la respuesta instrumental (**Tabla 3.17**) podrá utilizarse como variable predictora (X) de aquellas respuestas sensoriales. Estas dos variables reciben el nombre de variables activas.

**Tabla 3.15** Códigos asignados a cada muestra preparada para evaluar las posibles relaciones entre las calificaciones sensoriales y las instrumentales.

Código	Tipo fibra	Concentración (%)
N3.0	Naranja	3,0
N3.5		3,5
N4.0		4,0
N5.0		5,0
M5	Manzana	5,0
M6		6,0
M8		8,0
L2.0	Limón	2,0
L2.5		2,5
L3.0		3,0

**Tabla 3.16 Valores medios de la calificación sensorial (variable respuesta) para cada atributo de textura en los diferentes productos.**

Código	Fluencia	Extensibilidad	Cuerpo/Consistencia.	Viscosidad	Granulosidad	Cantidad partículas	Tamaño partículas	Sensación Residual
N3.0	-0,50	0,25	-0,25	0,73	-0,81	-0,63	-0,81	0,13
N3.5	0,06	0,25	-0,44	0,53	-0,56	-0,69	-0,44	0,31
N4.0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
N5.0	1,19	0,44	0,38	-0,13	0,63	0,44	0,63	0,88
M5	-0,21	0,00	0,64	0,077	-2,36	-2,57	-2,64	0,00
M6	0,07	0,14	1,21	0,615	-2,36	-2,57	-2,64	0,29
M8	0,71	0,21	1,50	0,538	-2,14	-2,29	-2,43	0,43
L2.0	0,38	0,62	0,31	0,42	-2,54	-2,23	-2,54	-0,8
L2.5	1,15	0,62	1,23	0,92	-2,23	-2,15	-2,38	-0,4
L3.0	1,85	0,69	1,69	1,58	-1,69	-1,46	-1,92	0,0

En cuanto a los valores instrumentales presentes en la **Tabla 3.17**, éstos se corresponden con 10 variables que incluyen las mediciones de consistencia de Bostwick, viscosidad del Brookfield a las cuatro velocidades de giro (6, 12, 30, y 60 rpm), los parámetros ( $\sigma_0$ , k, y n) estimados al ajustar los modelos LP o HB a los datos de los reogramas obtenidos con el reómetro y las velocidades predichas a partir de estos modelos a dos gradientes de velocidad (1 y  $100\text{s}^{-1}$ ). Las mediciones instrumentales y los parámetros de los modelos reológicos mostrados en la **Tabla 3.17** fueron obtenidos de las mismas muestras utilizadas para la evaluación sensorial, como bien se ha señalado con anterioridad, y, por lo tanto, se corresponden con los datos identificados como Cata I, II, ó III en las tablas 3.2, 3.3 y 3.4.

**Tabla 3.17** Valores instrumentales de las diferentes preparaciones de fibra (variable predictora).

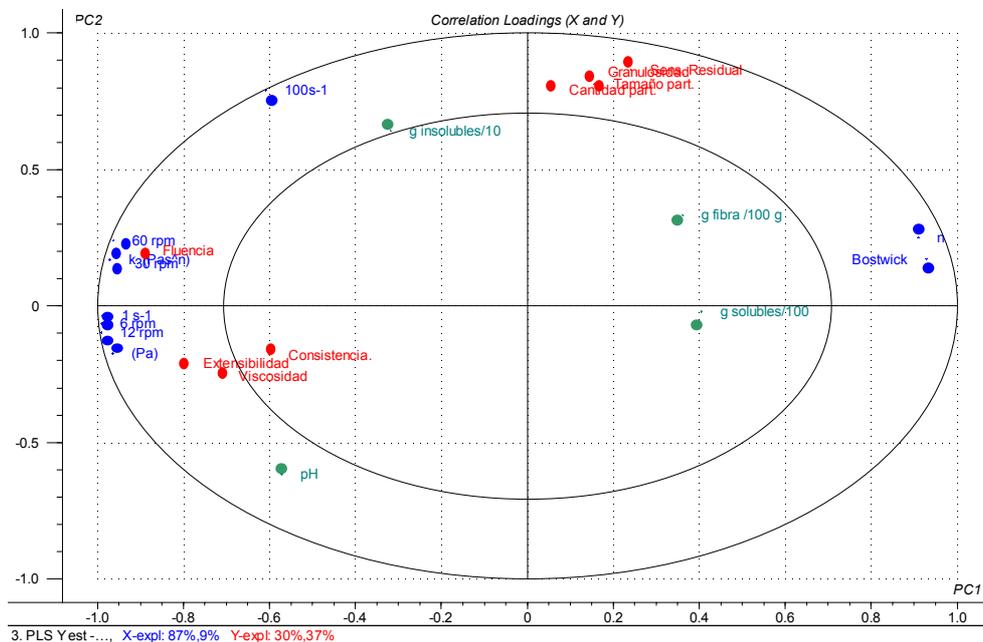
Código	Bostwick	Brookfield				Reómetro				
	d/m (cm/g)	$\eta$ (mPas)				Parámetros modelo			$\eta$ (mPas)	
		6 rpm	12 rpm	30 rpm	60 rpm	$\sigma_0$ (Pa)	k (Pas <sup>n</sup> )	n	1 s <sup>-1</sup>	100s <sup>-1</sup>
N3.0	0,201	2000	1625	1400	1300	0	1,60	0,812	1601	674
N3.5	0,180	3500	2750	2300	2075	0	2,91	0,740	2906	879
N4.0	0,164	4500	3500	2750	2400	0	4,04	0,696	4038	994
N5.0	0,141	7000	5500	4300	3725	0	7,91	0,627	7910	1420
M5	0,222	1750	1500	1300	1125	0	1,94	0,716	1936	523
M6	0,199	2750	2250	1850	1600	0	2,77	0,675	2769	619
M8	0,163	5500	4250	3200	2625	0	5,49	0,596	5491	853
L2.0	0,0908	11250	9250	3200	2475	7,86	2,92	0,53	10766	418
L2.5	0,0544	14500	11500	5100	3825	13,30	11,96	0,38	25260	825
L3.0	0,0261	30500	22000	16200	6250	29,48	22,91	0,35	52385	1459

Además, para este análisis se han tenido en cuenta otras variables, llamadas “suplementarias”, es decir, que no influyen en la construcción del modelo de relación entre las variables instrumentales y las sensoriales pero que pueden servir para describir las relaciones existentes entre ellas. Como variables suplementarias en este caso se han considerado las de composición mayoritaria en cuanto a contenido total de fibra presente en cada suspensión y contenido de sólidos solubles e insolubles calculado según los datos de composición mostrados en la **Tabla 1.4** del **Capítulo I**. Así mismo, se ha considerado el dato adicional de pH de cada una las suspensiones. En la **Tabla 3.18** se presentan los valores de estas variables para cada tipo de fibra y nivel de concentración.

**Tabla 3.18 Variables suplementarias; pH y contenido de sólidos insolubles (SI), solubles (SS) y fibra total (F), expresados en g/100 g de suspensión de las diferentes preparaciones de fibra.**

Código	pH	SI	SS	(F)
N3.0	3,77	2,20	0,70	3,0
N3.5	3,75	2,56	0,82	3,5
N4.0	3,82	2,93	0,93	4,0
N5.0	3,84	3,66	1,16	5,0
M5	3,76	0,64	4,32	5,0
M6	3,79	0,76	5,18	6,0
M8	3,86	1,02	6,91	8,0
L2.0	4,27	1,70	0,22	2,0
L2.5	4,18	2,13	0,27	2,5
L3.0	4,00	2,56	0,33	3,0

A partir de las tablas construidas, el modelo ajustado explicó un 96% de la variabilidad de las variables instrumentales en su conjunto y un 67% de las sensoriales, porcentajes que son, en ambos casos, muy altos para este tipo de datos. El objetivo fundamental cuando se aplica la técnica PLS es, más que predecir los valores sensoriales, describir las relaciones entre las variables instrumentales y las sensoriales. Para comprender dichas relaciones, se utilizará la **Figura 3.20** para explicarlas.



**Figura 3.20** Representación del gráfico de correlación (“Correlation Loadings”) entre las variables sensoriales o de respuesta (Y), las variables instrumentales o predictoras (X) y las variables suplementarias.

La **Figura 3.20** llamada “Correlation Loadings” muestra las variables sensoriales (en rojo), las instrumentales “activas” (en azul) y las “suplementarias” (en verde). La elipse interior indica el 50% de varianza explicada y la exterior el 100% de varianza explicada.

Para la interpretación de la **Figura 3.20** en primer lugar se debe localizar cada una de las variables respuesta (Y), es decir las sensoriales. A partir de aquí, las variables instrumentales proyectadas aproximadamente en la misma dirección desde el centro que una variable sensorial está relacionada positivamente con esa variable. De esta forma, lo que se puede deducir de esta figura es lo siguiente:

- La fluencia, la extensibilidad, la viscosidad y la consistencia tienen una relación positiva con las medidas instrumentales de viscosidad

obtenidas con el viscosímetro Brookfield, con los parámetros  $k$  y  $\sigma_0$  de los modelos ajustados a las curvas de flujo y con la viscosidad calculada a  $1 \text{ s}^{-1}$  a partir de dichos modelos. En concreto, la fluencia está muy relacionada positivamente con las medidas instrumentales de viscosidad obtenidas con el viscosímetro Brookfield a 60 rpm y 30 rpm y con el índice de consistencia obtenido de los modelos reológicos ajustados a las curvas de flujo. Por su parte, la extensibilidad, la viscosidad y la consistencia tienen una relación positiva muy alta con las variables instrumentales de viscosidad obtenida con el VB a 6 rpm y 12 rpm, así como con el umbral de fluencia y la viscosidad calculada a  $1 \text{ s}^{-1}$ . Sin embargo la variabilidad de la consistencia es explicada por el modelo en menos del 50%, con lo que esta relación parece estar influida por otros factores externos que no se han considerado en este estudio.

- Las variables instrumentales obtenidas por el consistómetro de Bostwick y el parámetro reológico  $n$  tienen una relación negativa muy alta con las variables sensoriales mencionadas anteriormente, debido a que aparecen en el extremo contrario del gráfico.
- Existe una ligera relación positiva entre la viscosidad calculada a  $100 \text{ s}^{-1}$  por el modelo reológico correspondiente y las variables sensoriales anteriores. Así mismo, las variables sensoriales de cantidad de partículas, tamaño de partículas, granulosidad y sensación residual muestran también una cierta correlación positiva con la viscosidad calculada a  $100 \text{ s}^{-1}$ .
- En cuanto a las variables suplementarias, el pH parece tener relación positiva con la extensibilidad, viscosidad y consistencia y la cantidad de sólidos insolubles con la cantidad de partículas, tamaño de partículas, granulosidad y sensación residual. Sobre las

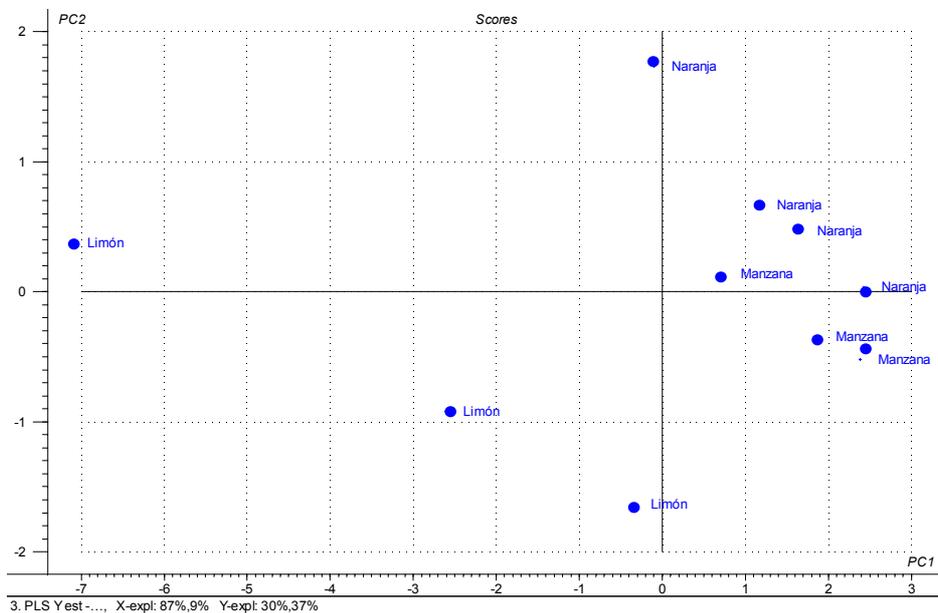
otras dos variables (cantidad de fibra y cantidad de sólidos solubles) no podemos realizar ninguna afirmación sobre su relación con las sensoriales ya que su varianza se explica en un porcentaje muy bajo, inferior al 50 %.

En base a las relaciones comentadas, se puede resumir que las medidas reológicas obtenidas cuando se generan gradientes de velocidad pequeños en el seno del fluido (viscosidad del Bookfield y a  $1 \text{ s}^{-1}$  y umbral de fluencia) están correlacionadas con la fluencia, extensibilidad y viscosidad apreciadas sensorialmente. De forma especial se correlacionan la extensibilidad y viscosidad con los gradientes más bajos y la fluencia cuando éstos son un poco más altos. Estos resultados parecen lógicos teniendo en cuenta que tanto la fluencia como la extensibilidad se evalúan durante la manipulación del producto, en acciones que suponen esfuerzos aplicados al producto pequeños (**Figura 3.2B.**) y, por lo tanto, gradientes de velocidad generados también pequeños. Por otra parte, la viscosidad, aunque se evalúa en la primera compresión del producto en boca, lo que refleja es la facilidad de deformación del producto en la boca al presionarlo entre la lengua y el paladar (**Figura 3.2B.**), acción que también puede suponer la aplicación de esfuerzos cortantes pequeños. De hecho, Shama y Sherman (1973) confirman que en productos de elevado carácter viscoso, los gradientes de velocidad aplicados en la boca durante su degustación son bajos. Por otra parte, también Trant et al. (1981) mencionan como los movimientos de la lengua en la masticación y manipulación durante el estímulo oral están estrechamente relacionados con los esfuerzos a 30 rpm. En relación con el umbral de fluencia, Pollen et al. (2004), también observaron como dicho concepto pudo ser evaluado de una mejor forma con el atributo de extensibilidad que con el de fluencia. La correlación del índice de consistencia de los modelos reológicos ajustados con estos atributos sensoriales también es lógica, ya que este parámetro es el más directamente relacionado con la viscosidad de los productos.

A gradientes de velocidad más altos ( $100 \text{ s}^{-1}$ ), empiezan a ser perceptibles otros atributos como la granulosis, la cantidad y tamaño de las partículas y la sensación residual, los cuales se evalúan en compresiones sucesivas de las muestras (**Figura 3.2B**). La percepción de estos atributos se relaciona, como es lógico, con la presencia de sólidos insolubles en el producto.

En relación con el índice de comportamiento al flujo, parece que éste no es un parámetro que se aprecie sensorialmente desde el punto de vista de los atributos evaluados en este trabajo. Tampoco lo es la medida obtenida con el consistómetro Bostwick, a pesar de este un equipo frecuentemente utilizado en la industria de productos similares a los evaluados aquí, como por ejemplo en las de elaboración de mermeladas o purés.

El análisis realizado permite obtener una información adicional, que es la representación en el espacio factorial de la distribución de los productos evaluados (**Figura 3.21**). En esta figura se observa claramente la agrupación de los mismos según la fruta de la que proviene la fibra utilizada para la preparación de las dispersiones, lo que indica que cada una de ellas confiere características de textura distintas. Las elaboradas con fibra de limón son las más distintas del resto, siendo las elaboradas con fibras de naranja y manzana bastante parecidas entre sí.



**Figura 3.21** Representación de los productos evaluados en los mismos ejes factoriales de la figura anterior llamada “Correlation Loadings”.







#### III.4. CONCLUSIONES.

1. La caracterización instrumental realizada a las diferentes suspensiones de fibra preparadas utilizando el reómetro, el viscosímetro de fluido infinito y el consistómetro, permitió diferenciar, en todos los casos las muestras según el tipo de fibra y nivel de concentración. La fibra de limón fue la que mostró mayor viscosidad y menor distancia de avance de la muestra, seguida de la de naranja.
2. Tanto al trabajar con el reómetro como con el viscosímetro, el aumento de la viscosidad con la concentración respondió a un modelo potencial. Además, estos datos permitieron intuir que los gradientes de velocidad generados en el viscosímetro a las diferentes velocidades de giro ensayadas, están entre 1 y 100 s<sup>-1</sup>.
3. La distancia de avance de las muestras medida con el consistómetro se correlacionó con las viscosidades obtenidas mediante relaciones potenciales o exponenciales según los casos.
4. En cuanto al análisis sensorial, los atributos que parecen más importantes para evaluar la textura de este tipo de productos, de acuerdo a la técnica multidimensional *scaling* fueron la fluencia, la extensibilidad, el cuerpo o consistencia, la viscosidad, la granulosidad, la cantidad y tamaño de partículas y el recubrimiento del producto en boca.
5. De los atributos mencionados en el punto 4, sólo la granulosidad, cantidad de partículas y tamaño de partículas fueron significativamente superiores para las suspensiones de fibra de naranja que para las muestras de manzana y limón, según el ANOVA multifactor realizado. Por otra parte, en general

se observa un aumento del valor de todos los atributos al aumentar la concentración de fibra sin que este efecto llegue a ser estadísticamente significativo.

6. El análisis de correspondencias realizado con los datos obtenidos de la evaluación sensorial permitió separar dos dimensiones, con un total de la varianza explicada del 92,7%. La primera dimensión, que explica el 76 % de la varianza, estuvo relacionada con los atributos referentes a la presencia de partículas (cantidad, granulosidad y tamaño de partículas) y la segunda dimensión (16,8 % de la varianza explicada) estuvo asociada a los atributos de fluencia y consistencia. De la interpretación del plano generado por estas dos dimensiones se pueden formar tres grupos de productos con perfiles sensorialmente diferenciados. En el primer grupo se encuentran los productos formulados con fibra de naranja, que muestran valores más altos de los atributos relacionados a la presencia de partículas y una fluencia y consistencia que depende del nivel de concentración. El segundo grupo estaría formado por las formulaciones con menor concentración de cada una de las fibras, a las que les corresponden valores menores de fluencia y consistencia. Por último, en el tercer grupo, estarían los productos formulados con fibra de manzana y limón, que reflejan la escasa influencia de los atributos relacionados con la presencia de partículas y que, a su vez, estarían distribuidos según la fluencia y la consistencia, siendo los de mayor concentración de ambas fibras los que muestran puntuaciones más altas de las dos propiedades.
7. El análisis de correlación de las respuestas sensoriales con las medidas instrumentales, llevado a cabo mediante la regresión por mínimos cuadrados parciales mediante PLS, permite establecer que las medidas reológicas obtenidas cuando se generan gradientes de velocidad pequeños

en el seno del fluido (viscosidad del Bookfield y a  $1 \text{ s}^{-1}$  y umbral de fluencia) están correlacionadas con la fluencia, extensibilidad y viscosidad apreciadas sensorialmente, lo que es coherente con los bajos niveles de esfuerzo aplicados sobre los productos para su evaluación. La viscosidad a gradientes de velocidad más altos ( $100 \text{ s}^{-1}$ ), se correlaciona bien con otros atributos como la granulosidad, la cantidad y tamaño de las partículas y la sensación residual, los cuales se evalúan en compresiones sucesivas de las muestras, y que se relacionan con la presencia de sólidos insolubles en el producto.

8. Ni el índice de comportamiento al flujo ni la medida obtenida con el consistómetro Bostwick resultan bien correlacionados con la respuesta sensorial desde el punto de vista de los atributos evaluados en este trabajo.
9. La representación en el espacio factorial de la distribución de los productos evaluados indica que cada una de las fibras utilizada para la preparación de las suspensiones confiere características de textura distintas.







- Adams, R.G., Evans, A.J., Oakenfull, D.G. y Sidhu, G.S. (1986). Fruit processing wastes as dietary fibre supplements. *Proc. Nutr. Soc., Aust.* 11, 115.
- Akdogan H., y McHugh T.H. (2000). Flow characterization of peach products during extrusion. *Food Engineering and Physical Properties.* (65) 3: 471-475.
- Alonso, M.L., Larrodé, O. y Zapico, J. (1995). Rheological behaviour of infant foods. *Journal of Texture Studies* 26, 193-202.
- A.O.A.C. 20.013. (1980). "Official Methods of Analysis". Association of Official Analytical Chemist. Washington, DC.
- Anderson, J.W., Gilinsky, N.H., Deakins, D. A., Smith, S.F., O'Neal, D.S., y Oeltgen, P.R. (1991). Lipid response of hypercholesterolemic men to oat-bran and wheat-bran intake. *Am. J. Clin. Nutr.* 54, 678-683.
- Anderson, J.W. (1995). Dietary fiber, complex carbohydrate y coronary heart disease. *Can J Cardiology* 11 Suppl., 55G-62G.
- Aspinall, G.O. (1982). Analysis of polysaccharides. En: Food Carbohydrates. Ed. Lineback, D.R., y Inglett, G.E., AVI Publishing Co., Westport. p. 356.
- Asp, N.G. (1990). Chemical and Biological Aspects. En: Dietary Fibre. Ed. Southgate, D., Waldron, K., Johnson, L y Fenwick, G. Royal Soc. Chem. Special Public. 83, Cambridge.
- Baby Latha R., Bhat K.K., y Bhattacharya S. (2002). Rheological behaviour of steamed rice flour dispersions. *Journal of Food Engineering*, 51, 125-129.
- Barnes H.A., Hutton J.F., Walters K. (1989). An Introduction to Rheology. Elsevier Science Publishers, 199p, Amsterdam.
- Belitz, H.-D., y Grosch, W. (1997). Química de Alimentos. 2<sup>da</sup> Ed. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza. pp. 336-337, 351-355, 884.
- Bermell, A., Calvo, C., y Durán, L., (1973). Estudio de métodos de medida de la textura de concentrado de tomate. *Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos.* 13 (2) 313-326.
- Bolton, R.P., Heaton, K.W., y Burroughs, L.F. (1981). The role of dietary fiber in satiety, glucose and insulin: Studies with fruit and fruit juice. *Am. J. Clin. Nutr.* 34, 211-217.

### 3. Bibliografía.

---

Brown, K.S. (1996). Functional foods: a fruitful research field, but various regulatory obstacles persist. *Scientist* 10, 1-8.

Camire, M.E. (1999). Chemical and physical modifications of dietary fiber. En: Complex carbohydrates in foods. Ed. Cho, S.S., Prosky, L., y Dreher, M., Marcel Dekker, Inc. Basel. pp. 373-384.

Caprez, A., Arrigoni, E., Neukom, H., y Amado, R. (1987). Improvement of the sensory properties of two different dietary fiber sources through enzymatic modification. *Lebensm.-Wiss.U.-Technol.* 20: 245-250.

Carbonell E., Costell E., Durán L. (1991). Caracterización del flujo de mermeladas comerciales españolas. *Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos*, 31, 2, 227-235.

Carpenter, R., Lyon, D., y Hasdell, T. (2002). Análisis sensorial en el desarrollo y control de la calidad de alimentos. Ed. Acribia. Zaragoza. 191 p.

Catignani, G.L., y Carter, M.E. (1982). Antioxidant properties of lignin. *Journal of Food Science.* 47:1745,1748.

Chiralt A, Galotto M.J., y Fito P. (1991). Changes in rheological properties and particle-size distribution during the manufacture of "Xixona turrón". *Journal of Food Engineering.* 14, 117-128.

Chiralt A., Ferragut V., y Salazar J.A. (1992). Rheological characterization of low-calorie milk-based salad dressings. *Journal of Food Science.* 57,1, 200-202.

Chiralt A., Salazar J.A., y Ferragut V. (1993). Rheological study of O/W emulsions containing dried whole egg and Locust bean gum. *Journal of Texture Studies.* 25, 33-43.

Cho, S.S., y Jenab, M. (1999). The application of complex carbohydrates to functional food development. En: En: Complex carbohydrates in foods. Ed. Cho, S.S., Prosky, L., y Dreher, M., Marcel Dekker, Inc. Basel. pp. 593-604.

Ceville, G., y Liska, I. (1975). Modifications and applications to foods of the general foods sensory texture profile technique. *Journal of Texture Studies.*(6) 19-31.

Ceville, G., y Szczesniak, A. (1973). Guidelines to training a texture profile panel. *Journal of Texture Studies* (4) 204-223.

- Cortés, M. (2004). Desarrollo de productos de manzana deshidratados enriquecidos con vitamina E. Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia. España.
- Crandall, P., y Carter, R. (1982). Models for predicting viscosity of orange juice concentrate. *Food Technology*, 245-252.
- Delzenne, N., Aertsens, J., Verplaetse, H., Roccaro, M., y Roberfroid, M. (1995). *Life Sci.* 57, 1579-1587.
- de Wijk, R.A., van Gemert, L.J., Terpstra, E.J. y Wilkinson, C.L. (2003). Texture of semi-solids; sensory and instrumental measurements on vanilla custard desserts. *Food Quality and Preference* (14) 305-317.
- Dreher, M. (1999). Food sources and uses of dietary fiber. En: Complex carbohydrates in foods. Ed. Cho, S.S., Prosky, L., y Dreher, M., Marcel Dekker, Inc. Basel. pp. 327-366.
- Dreher, M. (1987). Dietary fiber content of food sources. Handbook of Dietary Fiber: An Applied Approach. Marcel Dekker, Inc., New York.
- Duran, L., y Costell, E. (1982). Rheology of apricot puree: Characterization of flow. *Journal of Texture Studies*, 13, 43-58.
- Eastwood, M.A. (1992). The physiological effect of dietary fiber: an update. *Annual Review of Nutrition*, 12, 19-35.
- Eriksson, L., Johansson, E., Kettaneh-Wold, N., y Wold, S. (2001). Multi-and Megavariate Data Analysis. Principles and Applications. Ed. Umetrics Academy. Bracknell, UK.
- Euromonitor. (2004). Funcional foods: A global Overview. International food ingredients. Oct-Nov. 66-68.
- Figuerola, F., Hurtado, M.L., Estévez A.M., Chiffelle, I., y Asenjo, F. (2005). Fibre concentrates from apple pomace and citrus peel as potencial fibre sources for food enrichment. *Food Chemistry*, 91, 395-401.
- Fiordaliso, M.F., Kok, N., Desager, J.P., Goethals, F., Deboyser, D., Roberfroid, M., y Delzenne, N. (1995). *Lipids*. 30, 163-167.
- Fito, P.; Clemente, G. y Sanz, F.J. (1983). Rheological behaviour of tomato concentrate (hot break and cold break). *Journal of Food Engineering*, 2, 51-62.

### 3. Bibliografía.

---

Flint, O. (1996). Microscopía de los alimentos. Manual de métodos prácticos utilizando la microscopía óptica. Ed. Acribia, S.A. Zaragoza, pp. 28,108-111.

Geladi, P., y Kowalski, B. (1986). Partial least-squares regression: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 185, 1-17.

Gey, K.F., Stahelin, H.B., y Eichholzer, M. (1993). Poor plasma status of carotene and vitamin C is associated with higher mortality from ischemic heart disease and stroke. Basel prospective study. *Clinical Investigations*, 71, 3-6.

Gibson, G.R. y Robertfroid, M.B. (1995). *J. Nutr.* 125, 1401-1412.

Grigelmo-Miguel, N., Gorinstein, S., y Martín-Belloso, O. (1999a). Characterisation of peach dietary fiber concentrate as food ingredient. *Food Chemistry*, 65, 175-181.

Grigelmo-Miguel N., Ibarz-Ribas A., Martín-Belloso O. (1999b). Rheology of peach dietary fibre suspensions. *Journal of Food Engineering*, 39, 91-99.

Grigelmo-Miguel N., Ibarz-Ribas A., Martín-Belloso O. (1999c). Flow properties of orange dietary fiber suspensions. *Journal of Texture Studies*, 30, 245-257.

Grigelmo-Miguel, N., y Martín-Belloso, O. (1999). Characterization of dietary fiber from orange juice extraction. *Food Research International*, 31, 5, 355-361.

Guerrero S.N., y Alzamora, S.M. (1998). Effect of pH, temperature and glucose addition on flow behaviour of fruit purées: II. Peach, papaya and mango purées. *Journal of Food Engineering*, 37, 77-101.

Guillon, F., y Champ, M. (2000). Structural and physical properties of dietary fibres, and consequences of processing on human physiology. *Food Research International* 33, 233-245.

Hahn, S.J., Ree, T. y Eyring, G.H. (1959). Flow mechanism of thixotropic substances. *Industrial and Engineering Chemistry*, 51, 856-857.

Hawang, J., y Kokini, J.L. (1992). Contribution of the side branches to rheological properties of pectins. *Carbohydrate Polymers* 19: 41-50.

Hertog, M.G., Feskens, E.J., Hollman, P.C., Katan, M.B., y Kromhout, D. (1993). Dietary antioxidant flavonoids and risk of coronary heart disease: the Zutphen Elderly Study. *Lancet*, 342, 1007-1011.

Hertog, M.G., Kromhout, D., Aravanis, C., Blackburn, H., Buzina, R., Finanza, F., Giampaoli, S., Jansen, A., Menotti, A., Nedeljkovic, S., Pekkarinnen, M., Simic, Bs., Toshima, H., Feskens, E.J., Hollman, P.C. y Katan, M.B. (1995). Flavonoid intake and long term risk of coronary heart disease and cancer in the seven countries study. *Archive of Internal Medicine*, 155, 381-386.

Hillman, L.C., Peters, S.G., Fisher, C.A., y Pomare, E.W. (1985). The effect of the fiber components pectin, cellulose and lignin on serum cholesterol levels. *Am. J. Clin. Nutr.* 42, 207-213.

Hoseney, R.C. (1986). Principles of cereal science and technology. American Association of Cereal Chemist, Inc., St. Paul, MN.

Ibarz, A. (1992). Rheology of clarified fruit juices. I Peach juices. *Journal of Food Engineering*, 15, 49-61

Ibarz, A. (1994). Rheology of clarified fruit juices. III: Orange juices. *Journal of Food Engineering*, 21, 485-494

Ibarz, A., Pagán, J., Miguelsanz, R. (1992). Rheology of clarified fruti juices. II: Blackcurrant Juices. *Journal of Food Engineering*, 15, 63-73

Isaksson, G., Lundquist, I., Akesson, B., y Ishe, I. (1988). Effect of pectin and wheat bran on intraluminal pancreatic enzyme activities and on fat absorption as examined with the triolein breath test in patients with pancreatic insufficiency. *Scand. J. Gastroenterol.* 19, 467-472.

Jaime, L., Mollá, E., Fernández, A., Martín-Cabrejas, M., López andreu, F., y Esteban, R. (2002). Structural carbohydrates differences and potencial source of dietary fiber of onion (*Allium cepa* L.) tissues. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, 122-128.

Jeltema, M.A., y Zabik, M.E. (1979). Fiber components-quantification and relationship to cake quality. *Journal of Food Science.* 44: 1732-1735.

Joaristi, L. y Lizasoain, L. (2000). Análisis de correspondencias. Ed. Hespérides. Madrid.

Johnson, I.T. y Southgate, D.A. (1994). Dietary fiber and related substances. En Food safety series. Edelman, J. y Miller, S. Eds., pp39-65. Londres: Chapman & Hall.

### 3. Bibliografía.

---

Kar, F., y Arslan, N. (1999). Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity-molecular weight relationship. *Carbohydrate Polymers*. 40; 277-284.

Kaufmann, M.R. (1970). Water potential components in growing citrus fruits. *Plant Physiology* 46: 145-149.

Khalil, K.E., Ramakrishna, P., Nanjundaswamy, A.M., Patwardhan M.V. (1989). Rheological behaviour of clarified banana juice: effect of temperature and concentration. *Journal of Food Engineering* 10, 231-240

Krebs-Smith, S.M., Cronin, F. J., Haytowitz, D.B y Cook, D.A. (1992). Food sources of energy, macronutrients, cholesterol, and fiber in diets of women. *J. Am. Diet. Assoc.* 92, 168-174.

Kritchevsky, D. (1996). Diet in heart disease and cancer. *Adv Expt Med Bio* 369; 201-209.

Larrauri, J. A., Goni, I., Martín-Carron, N., Ruperez, P., y Saura-Calixto, F. (1996). Measurement of health-promoting properties in fruit dietary fibers: antioxidant capacity, fermentability and glucose retardation index. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 71, 515-519.

Levrat, M.A., Rémésy C., y Demigné, C. (1991). *J. Nutr.* 121, 1730-1737.

Lineback, D. (1999). The Chemistry of complex carbohydrates. En: *Complex carbohydrates in foods*. Ed. Cho, S.S., Prosky, L., y Dreher, M., Marcel Dekker, Inc. Basel. pp. 115-129.

Lintas, C., y Cappelloni, M. (1992). Dietary fiber content of Italian fruit and nuts. *Journal of Food Composition and Analysis*. 5, 146-151.

Lodge, N., Nguyen, T., y McIntyre, D. (1987). Characterization of a crude kiwifruit pectin extract. *Journal of Food Science*, 52 (4), 1095-1096.

Lozano, J.E., e Ibarz, A. (1994). Thixotropic behaviour of concentrated fruit pulps. *Lebensm.-Wiss.u.-Technol.*, 27, 16-18.

Mahmoud M.I., y Fugitt M. (1996). Rheological properties of a calorically dense nutritional supplement as function of nitrogen source and dietary fiber. IFT Annual Meeting. Book of abstracts, 80<sup>a</sup>-26, 183.

### 3. Bibliografía

---

- Mantell., A., Goldschmid, E., y Monselise, S.P. (1980). Turnover of tritiated water in Calamondin plants. *J Amer Soc Hort Sci.* 105:741-744.
- Martens, H. y Martens, M. (2001). *Multivariate Analysis of Quality*. Baffin Lane, Chinchester, John Wiley & Sons Ltd.
- Martínez, R. (1999). El análisis multivariante en la investigación científica. Ed. Ibérica Gráfico, S.A. Madrid
- May, C.D. (1997). Pectins. En: Thickening and gelling agents for food. 2<sup>ed</sup> Ed. Imeson, A., Blackie Academic and Professional. Londres. pp. 230-235.
- Meghrou, J., Euloge, A.M., Junelles, J., Ballongue, J., y Petidmange, H. (1990). *Biotechnol. Lett.* 12, 575-580.
- Meilgaard, M., Civille, G., y Carr, B. (1999). Sensory Evaluation Techniques. 3<sup>er</sup> Edición. Ed. CRC. Boca Ratón, Florida.
- Miró, P., Martínez M., Jabaloyes, J., Carot, J. (2003). Análisis de Correspondencias. *Forum Calidad*, 139, 57-61.
- Mizrahi, S. (1979). A review of the physicochemical approach to the analysis of the structural viscosity of fluid fruit products. *Journal of Texture Studies*. 10, 67-82
- Mongeau, R., Brassard, R. y Verdier, P. (1989). Measurement of dietary fiber in a total diet study. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2, 317-326.
- Mongeau, R. y Brassard, R. (1982). Insoluble dietary fiber from breakfast cereals and brans: bile salt binding and water-holding capacity in relation to particle size. *Cereal Chemistry*, 59, 5, 413-417.
- Muñoz, A., y Civille, G. (1992). The Spectrum descriptive analysis method. In: *ASTM Manual Series MNL 13, Manual on Descriptive Analysis Testing*, Hootman, R.C., Ed. . American. Society Testing and Materials, West Conshohocken, PA.
- Muñoz, A., y Ceville, G. (1998). Universal, Product and attribute scaling and the development of common lexicons in descriptive analysis. *Journal of Sensory Studies*. 13 (1) 57-75.
- Norma UNE 87-004-79 Equipo y disposición salas de cata.
- Norma UNE 87-001-94 Atributos sensoriales

### 3. Bibliografía.

---

Nuttall, F.Q. (1993). Dietary fiber in the management of diabetes. *Diabetes* 42, 503-508.

NCI. (1984). Diet, nutrition and cancer prevention: a guide to food calories. (NIG Pub. 85-2711). National Cancer Institute, US. Dept. of Health and Human Services.

Ohta, A., Ohtuki M., Takizawa, T., Inaba, H., Adachi, T., y Kumura S. (1994). *J. Vit. Nutr. Res.* 64, 316-323.

Oku, T. (1996). Oligosaccharides with beneficial health effects: a Japanese perspective. *Nutrition Reviews* 54 Suppl., S59-S66.

Piñera, R., Casals, C., Batista, A., y Cerezal, P. (1995). Evaluación de cultivares de mango parra la elaboración de pulpas. *Alimentaria*. Marzo. 29-31

Piñera, R., de Hombre, R., Batista, A., y Cerezal, P. (1997). Influencia de la variedad en la calidad de pulpa de guayaba. *Alimentaria*. Marzo. 19-20.

Pollen, N.R., Daubert, C.R., Prabhasankar, P., Drake, M.A. y Gumpertz, M.L. (2004) Quantifying fluid food texture. *Journal of Texture Studies*, 35, 643-657.

Prosky, L., Asp, N.G., Achweizer, T.F., De Vries, J.N., y Furda, I. (1992). Determination of insoluble and soluble dietary fiber in foods and food products. Collaborative study. *J. Assoc. Offic. Anal. Chem.* 75, 360-367.

Qiu, C-G., y Rao, M. (1988). Role of pulp content and particle size in yield stress of apple sauce. *Journal of Food Science*, (53) 4: 1165-1170.

Rao, M.A., Bourne, M.C., Cooley, H.J. (1981). Flow properties of tomato concentrates. *Journal of Texture Studies*, 12, 521-538

Rao, M., Cooley, H., y Vitali, A. (1984). Flow properties of concentrated juices at low temperatures. *Food Technology*, 38(3): 113-119.

Roberfroid, M.B. (1999). Dietary fiber properties and health benefits of non-digestible oligosaccharides. En: En: Complex carbohydrates in foods. Ed. Cho, S.S., Prosky, L., y Dreher, M., Marcel Dekker, Inc. Basel. pp. 25-33.

Rosenthal, A.J. (2001). Relación entre medidas instrumentales y sensoriales de la textura de alimentos. En: Textura de los alimentos. Medida y percepción. Ed. Rosenthal, A J., Acibia, S.A. Zaragoza. pp 1-15.

- Saldaña S., Martínez-Navarrete N., Chiralt A. (2000). Caracterización Reológica de Alimentos de alta viscosidad. Series de Ciencia e Ingeniería de Alimentos. Investigación del postgrado del IAD-DTA. Vol I., 383p. Eds., Fito P., Chiralt A., Andrés A., Martínez-Navarrete N. Editorial de la Universidad Politécnica de Valencia. Valencia.
- Sánchez, J. (1996). Análisis de Correspondencias Binario, Curso Multivariente. Madrid.
- Saravacos, G.D., (1970). Effect of temperature on viscosity of fruit juices and purees. *Journal of food science.*, 35, 122-125
- Schneeman, B.O. (1987). Soluble vs. insoluble fiber fiber-different physiological responses. *Food Technol.*, 41(2), 81-82.
- Shama, F. y Sherman, P. (1973). Identification stimuli controlling the sensory evaluation of viscosity. II: Oral methods. *Journal of Texture Studies* (4) 111-118.
- Singh, I.,N., y Eipeson, W.E. (2000). Rheological behaviour of clarified mango juice concentrates. *Journal of Texture Studies* (31) 287-295.
- Stone, H., y Sidel, J. (1993). Sensory evaluation practices. 2da Ed. Academic Press, Inc. Londres.
- Szczesniak, A.S (1963). Classification of textural characteristics. *Journal of Food Science.* 28, 385.
- Szczesniak, A.S. (2002). Texture is a sensory property. *Food Quality and Preference* (13) 215-225.
- Szczesniak, A.S., y Ilker, R. (1988). The meaning of textural characteristics juiciness in plant foods. *Journal of Texture Studies*, 19, 61-78.
- Thebaudin, J., y Lefebvre, A.C. (1997). Dietary fibre: Natural and technological interest. *Trends in Food Science and Technology*, 8, 41-48.
- Toma, R.B., y Curtis, D.J. (1986). Dietary fiber: Its role for diabetics. *Food Technol.* 40, 118-123.
- Ton van Vliet. (2001). Clasificación reológica de alimentos y técnicas instrumentales para su estudio. En: Textura de los alimentos. Medida y percepción. Ed. Rosenthal, A J., Acibia, S.A. Zaragoza. pp 65-72.

### 3. Bibliografía.

---

Trant, A., Pangborn, R., y Little, A. (1981). Potencial fallacy of correlating responses with physical and chemical measurements. *Journal of Food Science*. (46) 583-588.

Usitupa, M. (1993). Cholesterol synthesis in humans. En *Mechanisms of Action of Dietary fiber on Lipid and Cholesterol Metabolism*. Ed. Lairon, D. Marsella, Francia.

Villarroel, M., y Costell, E. (1989). Influence of temperature and composition on rheological behaviour of apricot jams. *Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos*, 29(1), 90, 98.

Vitali, A.A., y Rao, M.A. (1982). Flow behaviour of guava puree as a function of temperature and concentration. *Journal of Texture Studies* 13, 275-289

Vollendorf, N.W., y Marlett, J.A. (1993). Comparison of two methods of fiber analysis of 58 foods. *Journal of Food Composition and Analysis*. 6, 203-214.

Voragen, F., Timmers, J., Linszen, J., Schols, H., y Pilnik, W. (1983). Methods of analysis for cell-wall polysaccharides of fruit and vegetables. *Lebensm Unters Forsch* 177: 251-256.

Wang, X., y Gibson, G.R. (1993). *J. Appl. Bacteriol.*, 75, 373-380.

Windhab, E.J. (1995). Rheology in food processing. En: *Physico-chemical aspects of food processing*. Ed. Beckett, S.T., Blackie Academic and Professional, Londres, pp. 80-88

Wold, S., Martens, H., y Wold, H. (1983). The multivariate calibration problem in chemistry solved by the PLS method. In *Proceedings of the Conference on Matrix Pencils, March 1982. Lecture Notes in Mathematics*. Heidelberg, Ruhe A. and Kagstrom B., eds Springer Verlag.

Wynder, E.L., Reddy, B.S., y Weisburger J.H. (1992). Environmental dietary factors in colon cancer: some unresolved issues. *Cancer* 70, 1222-1228.

Yu, L., Reitmeier, C.A., y Love, M. (1996). Strawberry texture and pectin content as affected by electron beam irradiation. *Journal of Food Science*. (61) 4; 844-846.

Páginas web y bases de datos consultadas:

<http://www.statsoft.com/textbook/stathome.html>

<http://www.mapa.es>

<http://www.herbafood.com>

<http://www.ifi-online.com>

Base de datos electrónica FAOSTAT.