



Universidad Nacional
SAN LUIS GONZAGA



[Reconocimiento-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licencia permite a otras combinar, retocar, y crear a partir de su obra de forma no comercial, siempre y cuando den crédito y licencia a nuevas creaciones bajo los mismos términos.

http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA

UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA

EVALUACIÓN DE ORIGINALIDAD

CONSTANCIA

El que subscribe, deja constancia que se ha realizado el análisis con el software de verificación de similitud al documento cuyo título es:

“DISEÑO DE UN PROCESO DE SECADO POR ASPERSIÓN (SPRAY DRYING) DE MIELES DE CAÑA PARA LA PRODUCCIÓN DE UN EDULCORANTE INDUSTRIAL”

Presentado por:

BACH. LÓPEZ CHACALTANA, BENJAMÍN CARLOS ALFREDO.

Autor de Tesis del nivel de **PREGRADO** de la Facultad de **INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA**. El Resultado obtenido es 2% (PORCENTAJE DE SIMILITUD) por lo cual, se otorga el calificativo de:

APROBADO, según Reglamento de Evaluación de la Originalidad.

Se adjunta al presente el reporte de evaluación con el software de verificación de originalidad.

Observaciones:

El porcentaje de similitud es menor del 20%, establecido como máximo por Reglamento de Evaluación de originalidad.

Ica, 30 de mayo de 2025

Nº de Recibo: 20135830



UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA

Dr. FERNANDO EDUARDO CANO LEGUA
DIRECTOR DE LA UNIDAD DE INVESTIGACIÓN
DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA

**UNIVERSIDAD NACIONAL “SAN LUIS GONZAGA”
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA**



***“Diseño de un proceso de Secado por Aspersión (Spray
Drying) de mieles de caña para la producción de un
edulcorante industrial”***

**LINEA DE INVESTIGACIÓN:
Ciencias naturales, ingeniería y tecnologías sostenibles**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

AUTOR: BACH. LÓPEZ CHACALTANA, Benjamín Carlos Alfredo.

ASESOR: Mg. JUAN ALFREDO TOLEDO HUAMÁN

Ica, Perú

2024

DEDICATORIA

A mis padres, por haber inculcado en mi el valor, el sacrificio, el esfuerzo para poder lograr mis objetivos.

Gracias por estar siempre en cada paso de mi carrera, acompañarme en los momentos más difíciles y alentarme a seguir adelante.

Por creer en mí, tener fe y guiarme para lograr lo que siempre anhelé en mi vida.

Los valores que me enseñaron quedarán grabados por siempre, gracias a ellos logre sortear los obstáculos y culminar mi carrera anhelada.

AGRADECIMIENTOS

Agradecimiento a mis padres por su apoyo incondicional y ser la “piedra angular” para mi logro profesional, a mi familia que siempre me alentó con sus consejos y enseñanzas.

A mi asesor Mag. Juan Alfredo Toledo Huamán por sus enseñanzas, comprensión y paciencia, los cuales contribuyeron en el difícil trayecto de mis investigaciones, eternamente agradecido por su sabiduría y consejos.

Índice de Contenidos

	Pág.
Dedicatoria	ii
Agradecimientos	iii
Índice de Contenidos	iv
Índice de Tablas	vi
Índice de Figuras	vii
Resumen	viii
Abstract	ix
I. INTRODUCCIÓN	01
II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA	04
2.1. Mieles y panela	04
2.1.1. El origen de la melaza	09
2.1.2. La desazucarización de la melaza de caña	12
2.2. Clarificación de la melaza	16
2.2.1. Equipo y operación	17
2.2.2. Clarificación de melaza B	19
2.2.3. Clarificación de Melaza C	19
2.2.4. Factores que afectan la clarificación por sedimentación	21
2.2.5. La caña de azúcar	22
III. RESULTADOS	24
3.1. Preparación de muestras y secado por aspersion	24
3.1.1. Rendimiento del secado por aspersion	25
3.1.2. Análisis estadístico	27
IV. DISCUSIÓN	28
4.1. Rendimiento efectivo	30
4.2. Sólidos adheridos	32
4.3. Humedad	33
4.4. Actividad de agua (aw)	36

4.5.	Solubilidad	36
4.6.	Mojabilidad	38
4.7.	Higroscopicidad	39
4.8.	Densidad aparente	40
4.9.	Tamaño y morfología de las partículas	41
4.10.	Temperatura de transición vítrea	44
4.11.	Color	45
4.12.	Optimización	46
V.	CONCLUSIONES	47
VI.	RECOMENDACIONES	50
VII.	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	51

Índice de Tablas

Tabla 1 Composición de la melaza de caña	6
Tabla 2 Desarrollo lógico del diseño	9
Tabla 3 Diferencias entre la melaza de caña y la de remolacha [4].	12
Tabla 4 Diseño experimental	24
Tabla 5 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de las materias primas	28
Tabla 6 Resultados experimentales del secado por aspersion en sistemas combinados de JCP y WPC	29
Tabla 7 Coeficientes de regresión de segundo orden para las variables de respuesta	30

Índice de Figuras

Fig. 1 Diagrama de flujo del proceso simplificado del azúcar de caña	10
Fig. 2 Diagrama de flujo del proceso de desazucarización de melaza	17
Fig. 3 Resumen Gráfico	31
Fig. 4 Superficies de respuesta para rendimiento efectivo (*)	32
Fig. 5 Superficies de respuesta para sólidos adheridos (*)	33
Fig. 6 Superficies respuesta para humedad a temperatura entrada 155 °C y 23500 rpm	34
Fig. 7 Superficies respuesta actividad de H ₂ O a 23500 rpm y temperatura de salida 82,5 °C.	35
Fig. 8 Superficies respuesta para solubilidad (*)	37
Fig. 9 Superficies de respuesta para mojabilidad (*)	38
Fig. 10 Superficies de respuesta para densidad aparente (*)	40
Fig. 11 Superficies de respuesta para tamaño de partícula (*)	42
Fig. 12 Comportamiento de Tg vs a la contribución de WPC en la muestra	44

RESUMEN

El objetivo del trabajo fue caracterizar las propiedades físicas y químicas de los preparados de miel secada por pulverización y los cambios en estas propiedades durante el almacenamiento.

El secado por pulverización se realizó a una temperatura de entrada de aire de 160 y 200°C, una velocidad del disco atomizador de 32,000 y 38,000 rpm, con el uso de dos tipos de transportadores: dextrina y maltodextrina.

Los polvos resultantes tuvieron las propiedades físicas deseables: bajo contenido y actividad de agua, solubilidad completa y baja cohesividad. Los polvos producidos con el uso de dextrina tuvieron mayor higroscopicidad y menor solubilidad, también se caracterizaron por la mayor absorción de agua durante el almacenamiento.

Los polvos obtenidos con el uso de una velocidad de atomización reducida fueron los más estables en términos de absorción de agua y cambios en la higroscopicidad durante el almacenamiento.

La solubilidad de todos los polvos fue estable durante el almacenamiento.

Palabras clave: Secado por pulverización, velocidad de atomización, higroscopicidad, densidad a granel.

ABSTRACT

The aim of this work was to determine the physical and chemical properties of spray-dried honey preparations and the changes in these properties during storage.

Spray drying was performed at air temperatures of 160 and 200°C, atomizing disc speeds of 32,000 and 38,000 rpm, using two types of carriers: dextrin and maltodextrin.

The resulting powders have desirable physical properties: low water content and activity, complete solubility and low cohesiveness. The powders made using dextrin exhibited greater hygroscopicity and lower solubility, as well as increased water absorption during storage.

Powders obtained using a reduced atomization speed were the most stable in terms of water absorption and hygroscopicity changes during storage.

The solubility of all powders was stable during storage.

Keywords: Spray drying, atomization rate, hygroscopicity, bulk density.

I. INTRODUCCIÓN

Dado que la miel suele ser una solución de azúcar sobresaturada, la propiedad característica de este producto es la susceptibilidad a la cristalización espontánea.

Durante la cristalización, cierta cantidad de agua libre se libera del material, lo que contribuye a la creación de un entorno beneficioso para el crecimiento microbiano y la fermentación.

Además, la miel cristalizada a menudo no es aceptada por los consumidores y en su forma líquida natural es difícil de comercializar y manipular. El uso de miel en forma de polvo reduce en gran medida estos problemas.

La miel deshidratada, al igual que los polvos producidos después del secado de los jugos de frutas, se puede usar para el consumo directo, aplicada como aditivo a una gama de productos alimenticios como yogures, bebidas, salsas, recubrimientos comestibles, bocadillos, así como suplementos dietéticos.

El uso de miel deshidratada como aditivo para pasteles y panes realza su atractivo, mejora su sabor, color, aroma, textura y ayuda a mantener una alta calidad del producto.

Según Ram (2011), el polvo de miel se puede usar como sustituto de la sacarosa para añadirse durante la cocción del pan.

El uso de miel deshidratada en ciertos tipos de dulces, como los nougatines de miel, las esponjas y los caramelos, eliminaría el perjudicial cocido a alta temperatura necesaria para eliminar el agua en su preparación [1].

Antony & et al. (2006) probaron la adición de miel a la carne de pechuga de pavo antes del procesamiento para retardar la producción de productos de oxidación relacionados con el sabor desagradable.

La adición de miel mejoró la estabilidad oxidativa de la carne, como lo indican los valores más bajos de TBA, el contenido de hexanal y el índice de estabilidad oxidativa.

La presencia de miel disminuye la cantidad de volátiles de sabor desagradable oxidados producidos y apunta fuertemente a un efecto antioxidante de la miel en la carne de pavo procesada.

Una mayor estabilidad y calidad del producto para la carne procesada con miel añadida puede conducir a una mejor aceptación por parte del consumidor, beneficiando a la industria de la carne de ave.

La miel como producto de alto contenido de glucosa y fructosa es un material difícil de secar, lo cual se debe principalmente a la baja temperatura de transición vítrea T_g de estos azúcares.

Durante el secado, el material permanece en forma de jarabe o partículas pegajosas, incluso con bajo contenido de agua [2].

El principal método para evitar este efecto indeseable es la adición de portadores caracterizados por altos valores de T_g , como almidón, maltodextrina, goma arábiga [3].

La selección de los parámetros de secado apropiados también es muy importante. En la literatura reciente se pueden encontrar algunos ejemplos de trabajos sobre el secado de la miel.

Cui & et al. (2008) propusieron un método de secado por microondas al vacío y encontraron que los mejores parámetros de secado, que resultaron en un material con un contenido de agua del 3%, fueron la presión de 30 mbar y un grosor de menos de 8 mm.

El contenido de azúcares y sustancias aromáticas no cambió después del proceso de secado. Sahu, (2008) realizó el secado al vacío (710-750 mm Hg, 70°C) de la miel utilizando maltodextrina como agente de secado, monoestearato de glicerol como agente de fluidez y fosfato tricálcico como agente antiaglomerante.

Las cantidades de aditivos requeridos para reducir la pegajosidad y apelmazamiento del polvo y aumentar la fluidez del polvo se optimizaron en función de las propiedades del polvo de miel disponible comercialmente.

Los productos obtenidos en estos trabajos no estaban en forma de polvo inmediatamente después del secado y requerían un tratamiento adicional para conferirles fluidez. Se puede obtener una forma preferida de miel en polvo después del secado por pulverización con la adición de sustancias portadoras adecuadas [1].

El secado por pulverización es un método que, además del objetivo principal: la eliminación del agua, también permite la microencapsulación de sustancias lábiles presentes en el producto seco.

El objetivo del trabajo actual fue investigar la influencia de las condiciones de secado por pulverización y el tipo de material portador utilizado sobre las propiedades físicas y químicas de los preparados de miel seca y los cambios en estas propiedades

II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA

2.1. Mieles y panela

Los azúcares son las materias primas para numerosos productos químicos y alimenticios. Los azúcares, en forma cristalina o líquida, se pueden utilizar como están en las industrias de panadería, confitería, dulces y bebidas frías. El azúcar también se puede convertir en otros productos.

La sacarosa, también conocida como azúcar de mesa, consta de otras dos moléculas de azúcar: glucosa y fructosa. Una mezcla de glucosa y fructosa (generalmente derivada de sacarosa) se llama azúcar invertida. La glucosa y la fructosa son azúcares de monosacáridos hexosis (seis carbono). Invertir el azúcar, en particular, forma la base de toda una industria según Paturau (1989).

La conversión química directa o la fermentación explica la mayoría de los productos fabricados con azúcares invertidos. Los productos de fermentación típicos son etanol, ácido acético, ácido láctico, ácido cítrico y lisina.

Los productos típicos de conversión química son sorbitol y manitol, obtenidos de la hidrogenación de glucosa y fructosa respectivamente. La vitamina C, o el ácido ascórbico, es un producto obtenido por la fermentación y la conversión química.

Se han realizado estudios extensos sobre la fabricación de una variedad de compuestos de azúcares. Una sola búsqueda en la oficina de patentes de EE. UU. Enumeró más de 34 000 patentes donde aparecen las palabras "azúcar" y "alcohol". La actualización de los subproductos de la industria tradicional de caña de azúcar tiene una ventaja económica.

Paturau (1989) tabula la mejora de los subproductos y lo basa en el valor vendible del producto final obtenido con fermentación o conversión química.

Algunos productos y su valor respectivo en ZAR/Metric Ton* que pueden obtenerse de los azúcares invertidos en la melaza, y discutidos por Patuau (1989), son: ácido acético (70%) - Zar4000, etanol (absoluto) - Zar5000, ácido láctico (80%) - Zar7000 y Lisina - ZAR22000.

La melaza de caña también se conoce como melaza 'blackstrap', melaza C o simplemente melaza. La melaza C es el líquido madre oscuro, espeso y concentrado que queda después de que todo el azúcar recuperable y económicamente viable se ha cristalizado del jugo de caña.

Aproximadamente el 10% del azúcar (sacarosa) que entra en una fábrica de azúcar termina en la melaza como azúcar no recuperable. Sin embargo, el melado también contiene proporciones significativas de glucosa y fructosa valiosas, o azúcar invertido, así como constituyentes inorgánicos disueltos como potasio, sodio, calcio, magnesio, fosfatos y nitratos, que se originan en el fertilizante aplicado en los campos de caña y que son transportados con la caña a la fábrica.

El melado C también contiene materiales insolubles en suspensión, en su mayor parte de naturaleza orgánica, que consisten en pigmentos vegetales, gomas, ceras y sustancias formadas en la fábrica.

La composición del melado C varía a lo largo de la temporada e incluso de un campo de caña a otro.

Soffiantini & et al. (1971) compararon la composición del melado de cuatro fábricas de Natal. Walford, (1996) informó sobre la composición del jugo de caña.

MacGillvray & Matic (1970) también hablaron sobre la composición del melado sudafricano. El Sugar Milling Research Institute (SMRI) publica un informe semanal sobre la composición del melado de todos los molinos de la industria sudafricana. Se publica una revisión anual de la temporada de molienda en las Actas de la Asociación de Tecnólogos Azucareros de Sudáfrica.

Se presenta a continuación, en la Tabla 1, una composición típica del melado C

Tabla 1 Composición de la melaza de caña

Composición de Melazas	
Componente	Masa %
Sólidos secos	80.45
Cenizas (sobre sólidos secos)	19.01
Azúcar total (sobre sólidos secos)	56.2
Sacarosa (sobre sólidos secos)	36.9
Glucosa (sobre sólidos secos)	8.1
Fructosa (sobre sólidos secos)	11.2
Otras propiedades	
Sólidos suspendidos en volumen	10 %
Sólidos suspendidos en base seca	5.2 %
Ca++ en melaza	7050 ppm
SG de melaza	1.45

El precio local del azúcar en ese mismo momento era de R2800,00 por tonelada métrica. La melaza aún contiene, en promedio, un 45 % de azúcares, de los cuales el 28 % (masa húmeda) suele ser sacarosa y el resto, una mezcla de glucosa y fructosa.

Por lo tanto, el precio total de la melaza puede alcanzar los R467,00 por tonelada métrica, una de las fuentes de azúcar más económicas disponibles.

Una fábrica produce entre 79 000 y 87 400 toneladas métricas de melaza por temporada. Esta melaza se vende principalmente a productores de alimento para ganado o a la industria de la fermentación. También se exporta una pequeña cantidad. Esta cantidad de melaza tiene el potencial de producir hasta 35 000 toneladas métricas de azúcar invertido al año. Suponiendo que el precio de mercado del azúcar invertido sea el mismo que el del azúcar blanco, esto representaría unos ingresos adicionales de alrededor de 79 millones de rands al año. Extraer y utilizar el azúcar de la melaza de caña siempre ha sido una tarea difícil, injustificable económicamente para la industria azucarera.

Como resultado, la mayor parte de la melaza se utiliza para alimento para ganado o en la industria de la fermentación para la fabricación de levadura o alcohol.

Por otro lado, la industria azucarera de remolacha tiene la suerte de contar con una melaza limpia que puede tratarse para recuperar esta última cantidad de azúcar.

La recuperación de estos azúcares de la melaza de caña podría proporcionar una fuente de carbohidratos bastante económica. Utilizarlos para producir alimentos y compuestos químicos es un paso lógico que aporta valor.

En la industria azucarera de remolacha, la cromatografía se utiliza ampliamente para desazucarar la melaza. Esta separación se basa en el principio de exclusión iónica, donde las moléculas con carga iónica (normalmente sales) son repelidas por la carga de la resina separadora y se eliminan eficazmente de la columna en el eluyente.

La funcionalidad de la resina influye en la separación. Para proteger la resina de la obstrucción por sólidos en suspensión, las especificaciones para la melaza que entra en una unidad de exclusión iónica son bastante estrictas.

La turbidez (como indicación de la cantidad de sólidos en suspensión en el líquido) debe ser inferior a 10 NTU/Brix, la turbidez ICUMSA debe ser inferior a 3000, la melaza debe tener menos del 0,1 % de lodos y el contenido de calcio debe ser inferior a 2000 partes por millón para evitar el intercambio iónico con la resina.

El objetivo principal del estudio fue desarrollar y definir un proceso para producir un producto líquido, a partir de la melaza C de Komati Mill, del cual se pudiera separar, decolorar y concentrar el azúcar invertido. El flujo de azúcar resultante debía tener un color y una composición aceptables para el mercado del azúcar líquido. Para lograrlo, se establecieron los siguientes objetivos:

1. Identificar y determinar las variables necesarias para eliminar los sólidos en suspensión de una solución de melaza C.
2. Determinar las variables para lograr una separación eficiente de sales y azúcares mediante cromatografía.
3. Lograr una decoloración y descenizamiento adecuados.
4. Asegurar la comercialización del proceso mediante:

- a) La evaluación de las características de escalado e identificación de los riesgos para un escalado fiable.
- b) La determinación de un balance de masa y energía para una planta comercial.
- c) La investigación de las implicaciones ambientales de la planta.
- d) La comprobación de la viabilidad económica del proyecto, comparada con los criterios financieros establecidos por TSB.

Para desarrollar y cualificar el proceso, se diseñó y construyó una planta piloto según las descripciones de los procesos de desazucarización obtenidas de la literatura.

Inicialmente, se realizaron pruebas con melaza B, un producto intermedio del proceso de molienda. El motivo fue que la melaza B es mucho más limpia que la melaza C y contiene más azúcar. El uso de una materia prima más limpia, con menos impurezas concentradas y un mayor contenido de azúcares, debería facilitar y agilizar el proceso de desarrollo. Sin embargo, se observó que esto no era así. La melaza C está disponible de forma gratuita y tiene un coste menor que la melaza B. La clarificación y separación de la melaza C resultó ser más fiable que la de la melaza B. Se requiere un mayor trabajo de desarrollo para validar la opción de la melaza B. La corriente de azúcar de la melaza C que eluía de las columnas cromatográficas tenía un contenido de sólidos disueltos de aproximadamente 30 °Brix, compuesto por más del 98 % de azúcar invertido.

Tras la desincrustación y la decoloración con resinas de intercambio iónico, y la evaporación a 80 °Brix, se obtuvo un producto adecuado. El producto obtenido del proceso fue una mezcla de glucosa y fructosa.

Los componentes pueden separarse aún más en otro paso de cromatografía si se requieren fracciones puras.

El desarrollo lógico del diseño de un proceso o la instalación de una planta se presenta en la Tabla 2.

Tabla 2 Desarrollo lógico del diseño

Una revisión del actual “estado del arte” tal como se informa en la literatura.
Métodos de laboratorio y procedimientos analíticos utilizados en todo el estudio.
Criterios de diseño y diseño de plantas piloto.
Evolución, resultados y discusión del método ideado para clarificar la melaza.
La recuperación de producto de los lodos efluentes para aumentar la eficiencia de la planta y el rendimiento general de azúcar invertido.
Los métodos investigados para lograr la inversión completa de la sacarosa en azúcares invertidos.
Separación cromatográfica del jarabe invertido “limpio” en un sistema de lecho móvil simulado.
Se investigaron métodos para eliminar la ceniza y el color de la corriente de azúcar invertida que sale de la planta de cromatografía.
Finalmente, la evaluación del impacto ambiental, el diseño conceptual y la viabilidad financiera de una propuesta de planta comercial productora de azúcar invertido a partir de melaza.

2.1.1. El origen de la melaza

Existen textos muy detallados e informativos sobre tecnología azucarera, y se recomienda al lector consultar el libro de texto de Chen & Chou (1993).

También se puede encontrar una descripción detallada y resumida en el curso corto del Instituto de Investigación de Molienda Azucarera (SMRI) (Pillay). La caña de azúcar ingresa al molino desde los campos y se corta. Posteriormente, la caña cortada pasa por un molino de martillos donde se tritura. El jugo de la caña triturada se extrae en un difusor de contraflujo con agua caliente. La fibra húmeda que sale del difusor se deshidrata en uno o más molinos deshidratadores.

El jugo prensado se bombea de regreso al difusor. La fibra deshidratada, o bagazo, que sale de los molinos se utiliza como combustible para calderas para generar vapor y electricidad. El jugo que sale del difusor se

caliente y se evapora para liberar el aire atrapado. Se añade cal al jugo para neutralizar los ácidos vegetales y facilitar la clarificación.

Posteriormente, se añade un floculante aniónico antes de que la mezcla entre en un clarificador. En el clarificador, se sedimentan arena, fibra y otros sólidos en suspensión. El rebose es un líquido transparente que se calienta y se evapora en un evaporador de efecto múltiple para producir jarabe.

Este se concentra hasta la sobresaturación y se siembra con cristales de azúcar finamente molidos para iniciar el proceso de cristalización. La masa cocida resultante contiene aproximadamente un 55 % de cristales. Se utiliza una centrifuga de cestas de funcionamiento discontinuo para separar los cristales de las aguas madres.

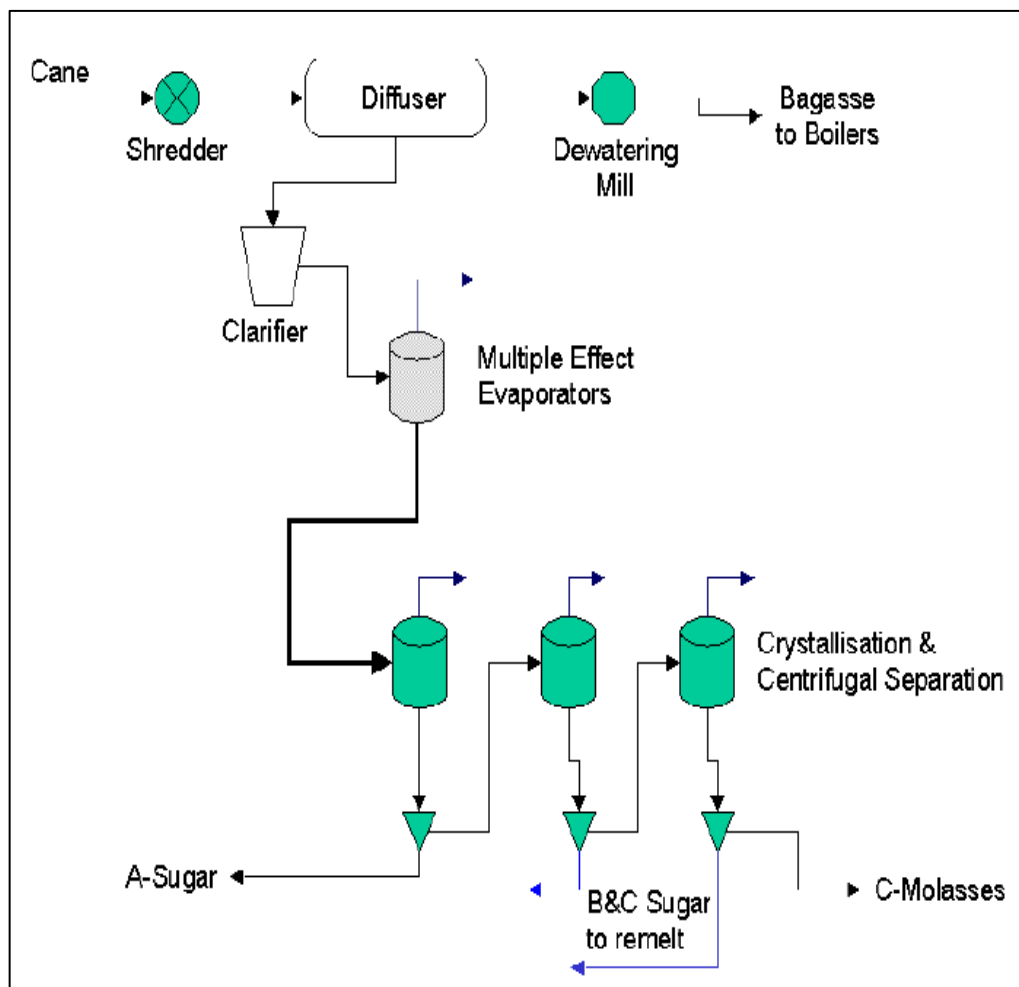


Fig. 1 Diagrama de flujo del proceso simplificado del azúcar de caña

El cristal de azúcar en esta etapa se denomina azúcar A. Se trata del azúcar moreno doméstico común y conocido por todos. El licor madre (o melaza A) aún contiene una cantidad significativa de azúcar en solución. Se bombea de vuelta a las cubas de cristalización, donde el proceso se repite dos veces, produciendo azúcar B y melaza B, y azúcar C y melaza C, respectivamente. Los azúcares B y C son oscuros y ricos en melaza, que queda atrapada en la lámina durante la cristalización.

Estos azúcares se funden con el jugo clarificado y se devuelven al jarabe para su recristalización. Se utilizan centrifugadoras continuas para separar tanto el azúcar B de la melaza B como el azúcar C de la melaza C.

La rotura del cristal, que se produce cuando este sale de la cesta y golpea la pared lateral de la centrifugadora, facilita su disolución. La cal no precipitada, los cuerpos colorantes y diversos productos formados durante el proceso de ebullición terminan en la melaza C.

No es posible recuperar la sacarosa restante en la melaza C mediante otro paso de cristalización.

El contenido de sacarosa es bajo, el volumen total de melaza es pequeño y las sales concentradas, el azúcar invertido y las impurezas hacen que esta melaza sea muy viscosa.

Un problema típico ocurre en la industria azucarera cuando se muele caña de baja calidad con una alta concentración de azúcar invertido, lo que provoca la formación de cristales alargados que obstruyen las mallas de la centrífuga.

La melaza C sale del molino como subproducto y se vende generalmente a la industria de la alimentación animal o a la industria de la fermentación. A nivel mundial, se ha investigado muy poco sobre la desazucarización de la melaza de caña.

Sin embargo, la desazucarización de la melaza de remolacha es bien conocida.

2.1.2. La desazucarización de la melaza de caña

Pynnonen (1996) revisó la historia y el estado actual de la desazucarización de la melaza en la industria azucarera de remolacha. También analizó las importantes diferencias técnicas y económicas entre la melaza de caña y la de remolacha en cuanto a su recuperación mediante cromatografía de exclusión iónica y destacó los obstáculos para la recuperación del azúcar de la melaza de caña.

Tabla 3 Diferencias entre la melaza de caña y la de remolacha [4].

	Melaza de remolacha	Melaza de caña	Melaza de caña TSB
% Sólidos Suspendidos	Trazas	3%	
% Sólidos en fase líquida	80	80	80
% Sacarosa en sólidos secos	60	44	37
% Invertir sobre sólidos secos	<1%	15	20
Dureza de la melaza (en ppm de calcio)	3500	18000	8000

A efectos comparativos, también se muestran los valores promedio de la composición de la melaza de caña TSB.

Pynnonen (1996) identificó tres desafíos técnicos en la desazucarización de la melaza de caña en comparación con la melaza de remolacha. El primero es la presencia de sacarosa y azúcar invertido, su separación y la recuperación de la sacarosa mediante el proceso convencional de fabricación de azúcar.

En el proceso TSB previsto, toda la sacarosa se invierte en glucosa y fructosa y se recupera únicamente como azúcar invertido. Esto elimina un obstáculo y presenta una importante ventaja: durante la inversión (hidrólisis) de la sacarosa, se añade una molécula de agua por cada molécula de sacarosa.

El resultado es un aumento de masa de aproximadamente el 5 %. Desde el punto de vista económico, esto representa una ganancia bastante significativa considerando las grandes cantidades de melaza utilizadas.

El segundo obstáculo de Pynnonen es la mayor viscosidad y el mayor contenido de sólidos suspendidos de la melaza de caña: entre el 1% y el 6% frente al 0,5% de la melaza de remolacha. Sin una eliminación eficiente de sólidos, el proceso de separación cromatográfica fracasa.

La filtración de la melaza de caña presenta muchas más dificultades debido a la presencia de ceras, coloides, gomas y polisacáridos, que no están presentes en niveles tan altos en la melaza de remolacha. Pynnonen especuló que podría requerirse un proceso de eliminación en dos etapas: la primera, una etapa preliminar para extraer los sólidos suspendidos más grandes y fáciles de eliminar, ya sea mediante un tanque de sedimentación o una centrífuga de alta fuerza G.

La segunda etapa sería similar a la filtración fina de desazucarización de la melaza de remolacha. Este proceso de filtración fina podría utilizar membranas (filtración de flujo cruzado) o filtros de presión. El último obstáculo de Pynnonen es un ablandamiento eficaz y eficiente.

La separación cromatográfica de azúcares y sales no se produce si la resina de intercambio iónico utilizada como relleno cromatográfico está en forma de calcio o magnesio.

La resina debe estar en la misma forma iónica que las sales presentes en la melaza (potasio o sodio).

Se requiere un sistema de ablandamiento eficiente, ya que la resina de separación cromatográfica prefiere los iones metálicos de alta valencia (iones típicos como calcio, magnesio y hierro). Estos iones se acumularán en la resina si la melaza entrante no se ha ablandado adecuadamente.

Se han establecido varios niveles de dureza. Pynnonen recomendó una dureza máxima de 100 ppm de iones divalentes, expresada como equivalente en peso del ion calcio en relación con los sólidos secos de la melaza.

Schoenrock et al. (1976) describieron un sistema utilizado en una fábrica de azúcar de remolacha donde se utilizaba intercambio iónico. Emplearon un novedoso esquema de regeneración para ahorrar en gastos operativos mediante el aprovechamiento de los flujos de efluentes y la recuperación química.

En el proceso TSB previsto, el refinado, rico en potasio, se utilizará para regenerar la columna del ablandador.

Paananen (1996), afirmó que no emplean el ablandamiento de jugos finos en sus fábricas de azúcar de remolacha y que operan sus plantas de

desazucarización de melaza de remolacha típicamente con niveles de calcio de 300 a 500 ppm, obteniendo buenos resultados.

Henscheid et al. (1991) describieron las experiencias con el sistema de ablandamiento instalado en la planta de Twin Falls de Amalgamated Sugar. En este sistema, la regeneración del ablandador se logra mediante refinado cromatográfico. El proceso produce un producto con menos de 0,006 g de CaO/100 g de sólidos secos.

Paananen (1996) también desazucará 3000 toneladas de melaza de caña en 1980 en planta. Utilizaron un proceso de clarificación con fosfato que también incluía floculante. Eliminaron el precipitado de fosfato mediante separación centrífuga, reduciendo así el nivel de calcio entre un 30 % y un 40 %.

Schneider (1978) estudió exhaustivamente la desazucarización de la melaza de caña en Alemania en la década de 1970. Concluyó que los iones divalentes debían reducirse a aproximadamente un 0,2 % de CaO en sustancia seca.

Trabajó con soluciones de melaza de 28-35 grados Brix y utilizó ácido fosfórico en concentraciones de hasta 1000 ppm en sólidos secos para reducir el contenido de calcio y magnesio a niveles lo suficientemente bajos como para permitir la separación cromatográfica.

Se empleó centrifugación y filtración para obtener la claridad requerida. Schneider también consideró necesario tratar la melaza con fosfato solo cuando el contenido total de iones divalentes superaba el 47 % del contenido iónico total de la melaza.

Saska & Lancrenon (1994) sugirieron que el nivel de calcio y magnesio de la melaza clarificada no debería superar las 2000 ppm/Brix y la turbidez, no más de 10 NTU/Brix.

Lograron alcanzar la turbidez requerida mediante la adición de un floculante a una solución de melaza de 40 Brix, seguida de una filtración en un filtro prensa con un coadyuvante de filtración.

Un aspecto interesante de su enfoque fue la salida de tres productos del separador, que permite la recuperación de sacarosa como alternativa a la separación normal de cenizas. También compilaron curvas de ruptura para la etapa de ablandamiento.

En un trabajo anterior, Saska y colaboradores (1992) lograron la claridad requerida de la melaza mediante fosfatación (pH = 3,8), seguida de neutralización con cáustico (pH = 7,4) y, finalmente, filtración.

Bernhardt (1998) y sus colaboradores del SMRI de Durban publicaron un informe sobre la producción de melaza de alta calidad.

Informaron sobre el trabajo realizado en el tratamiento de melaza de caña para obtener una materia prima adecuada para cromatografía. Prefirieron una separación centrífuga con ácido sulfúrico para tratar la melaza.

Los mismos autores publicaron un artículo en 1999 sobre un proceso para producir azúcar invertido a partir de melaza de caña. Este artículo fue precursor del informe final mencionado anteriormente. Informaron sobre un producto tras la exclusión iónica de tres grados Brix, con un 62 % (de sólidos secos) como invertido y un pH de 2,4.

Hongisto (1977), en su análisis del proceso de desazucarización de Finnsugar, mencionó que un contenido de calcio inferior al 0,2 % permitiría que la resina operara entre 500 y 2000 ciclos antes de su regeneración en la unidad de cromatografía.

Riffer (1976) presentó una patente que describe el proceso desarrollado por California and Hawaiian Sugar Company para desazucarizar la melaza hawaiana. Sugirió que se necesitaba un pH de alrededor de 4,0 para obtener el mejor rendimiento. Informó que el extracto de las dos columnas discontinuas se recogió en fracciones y se decoloró utilizando una resina en forma de base (OH-) junto con carbón activado granular.

Se logró una eliminación del color del 90 %. Se lograron eliminar completamente los cationes de la resina Amberlite IR-252 en forma de hidrógeno.

Sugar y Azúcar (1994) informaron que más del 90 % del azúcar perdido en la melaza de remolacha podía recuperarse mediante exclusión iónica. Ofrecieron una comparación entre la caña de azúcar y la remolacha y analizaron diversos procesos que se utilizan en Estados Unidos. Con base en estas descripciones, se elaboró un diagrama de flujo conceptual y se construyó una planta piloto.

2.2. Clarificación de la melaza

Este paso de clarificación es probablemente el más importante del proceso, ya que, sin una eliminación eficiente de sólidos, el proceso de desazucarización cromatográfica fracasa. Un requisito previo para una separación cromatográfica exitosa es un nivel muy bajo de sólidos suspendidos en solución (<10 NTU/Brix) en el material de alimentación. Los sólidos suspendidos tienden a bloquear el flujo a través de la resina, lo que dificulta la separación del proceso cromatográfico.

Diversos autores (Bernhardt (1998); Chen et.al. (1965); Davis et.al. (1962) y Saska (1993)) afirman que la clarificación de la melaza se logra mediante el tratamiento químico con ácido fosfórico/sosa cáustica, la adición de carbonato de sodio o ácido sulfúrico y la eliminación de las sales insolubles y los sólidos orgánicos suspendidos adsorbidos mediante centrifugación.

En la mayoría de los casos, las aguas madres resultantes también requerían una etapa de filtración, con la ayuda de coadyuvantes de filtración para lograr la claridad deseada.

La clarificación centrífuga de la melaza tras el tratamiento con ácido sulfúrico para convertir las sales de calcio en yeso insoluble también fue objeto de un proyecto del Instituto de Investigación de la Molinería Azucarera (SMRI) para producir una materia prima para la fermentación [5].

El método de clarificación centrífuga se investigó tanto en melaza B como en melaza C obtenida del molino TSB Komati. Con base en la literatura [6], también se investigó el uso de floculantes poliméricos para mejorar la clarificación.

Estas partículas con carga iónica coagulan las partículas suspendidas en la melaza y, por lo tanto, modifican sus características hasta el punto de que aumentan de tamaño y ceden con mayor facilidad a la fuerza centrífuga en el separador. Idealmente, las aguas madres centrifugadas deberían ser lo suficientemente claras como para manipularse directamente en una columna de resina de lecho empacado.

De no lograrse esto, la segunda mejor opción sería un producto de tal calidad que una simple filtración de extremo a extremo con un coadyuvante de filtración permita obtener la calidad de melaza deseada.

2.2.1. Equipo y operación

A continuación, en la figura 5.1, se presenta un diagrama de flujo condensado del proceso. Este capítulo abarca los diversos intentos de optimizar el primer bloque del diagrama: dilución y clarificación.

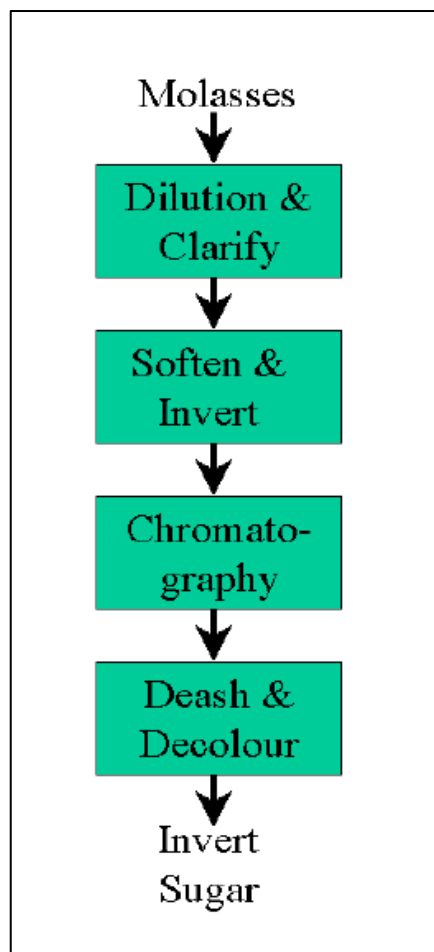


Fig. 2 Diagrama de flujo del proceso de desazucarización de melaza

La máquina tiene una capacidad operativa de 4000 l/h a una contrapresión de 4 bar. El caudal normal de melaza oscilaba entre 600 l/h y 1200 l/h. El tambor está equipado con 47 discos cónicos.

La máquina genera una capa de lodo en el interior del tambor, que debe ser descargada a través de los puertos de descarga hacia la carcasa y hacia el exterior a través de la tubería de descarga. El tambor abre los

puertos de descarga si se bombea agua a una cavidad en su fondo. Debido a la fuerza centrípeta, el agua es forzada a entrar en un canal entre los dos componentes del tambor.

La presión del agua en el canal eleva la sección superior, abriendo así los puertos de descarga del tambor. Simultáneamente, se abre un puerto de descarga y, si la presión del agua no se mantiene, el tambor se cierra al salir el agua del canal.

Un ciclo en la unidad implica que se desfanga parcialmente dos veces y completamente una vez. El desfangado parcial implica abrir el recipiente durante un breve periodo, generalmente de tres a cinco segundos, mientras la unidad funciona a plena velocidad de alimentación.

Un desfangado completo requiere detener el flujo de alimentación antes de abrir el recipiente para descargar todo el lodo restante acumulado. Se utilizó un intervalo de cinco minutos entre cada paso, lo que resultó en un tiempo de ciclo de 15 minutos.

El agua de refrigeración de los cojinetes (BCW) de la fábrica se filtró a través de un filtro Tekleen de acero inoxidable autolimpiable de 100 micras antes de abrir el recipiente. También se instaló un filtro de seguridad (filtro de línea Y) de 100 micras justo antes de la centrífuga. Esto evitó la obstrucción de los puertos de agua del recipiente con bagazo o materias extrañas.

La melaza se diluyó y se trató químicamente en un tanque de acero inoxidable de 1000 litros equipado con un agitador de hélice Stallion, de unos 300 mm de diámetro y a 1400 rpm, y un serpentín de calentamiento. El calentamiento de la solución se realizó mediante el reciclaje del condensado tibio de la fábrica a través de la planta piloto.

El condensado también se utilizó para diluir la melaza y lavar la centrífuga después de cada prueba. La melaza que alimenta una planta de cromatografía debe tener una turbidez inferior a 10 NTU/Brix y un contenido de lodos inferior al 0,1 %.

Esto evita que los poros de la resina se obstruyan, reduciendo así la superficie disponible y la longitud de trayectoria necesaria para que el líquido logre la separación deseada. A continuación, se describen las pruebas realizadas en la centrífuga y los resultados obtenidos.

2.2.2. Clarificación de melaza B

Primero se investigó la clarificación de la melaza B. Esta decisión se basó en que la melaza B contiene impurezas menos concentradas que la melaza final o la melaza C. El contenido de azúcar de la melaza B también es mayor que el de la melaza C.

Un proceso eficaz con melaza B podría extrapolarse y optimizarse para su uso con melaza C. Las descripciones experimentales detalladas y los resultados obtenidos en el trabajo realizado con melaza B. La clarificación centrífuga de la melaza B no produjo un producto adecuado para su uso en un proceso de exclusión iónica.

Sin embargo, la clarificación centrífuga podría emplearse como primer paso para clarificar la melaza, seguida de un proceso de pulido posterior adecuado, que aún debía desarrollarse e instalarse.

También se evidenció que el pulido mediante filtración a presión no era un paso adecuado, ya que la clarificación en la centrífuga no eliminaba las partículas que causaban la obstrucción del medio filtrante.

2.2.3. Clarificación de Melaza C

Entre los estudios centrífugos con melaza B y los ensayos con melaza C, se realizó un estudio de laboratorio para evaluar el comportamiento de sedimentación de los lodos en melazas B y C fosfatadas y floculadas.

Se investigaron algunas variables y, a través de estos experimentos, se evidenció que la concentración de la solución de alimentación es vital para la clarificación exitosa de la melaza: concentraciones más bajas tienden a producir un producto de mejor calidad con la formación de flóculos grandes.

La concentración de floculante también se identificó como una variable importante. Concentraciones más altas de floculante no necesariamente favorecieron una mejor coagulación del lodo y, en algunos casos, dosis altas de floculante convirtieron la mezcla de melaza en un líquido viscoso. Tras estas observaciones, los ensayos con melaza C se realizaron en concentraciones mucho más bajas que los realizados previamente con melaza B. La primera serie de ensayos tuvo como objetivo estudiar la

capacidad de clarificación de diversos floculantes sin la adición de productos químicos.

Una serie posterior de ensayos investigó la eficiencia de clarificación de una combinación de floculantes y productos químicos. Las descripciones experimentales detalladas y los resultados obtenidos de investigación sobre la clarificación de la melaza C.

En estos ensayos se investigaron diferentes tipos de floculantes y el efecto combinado de la fosfatación y la floculación. La combinación de productos químicos y floculante mejoró la eficiencia de clarificación de la melaza.

El floculante 6195 demostró ser el más eficaz (también obtuvo el mejor rendimiento en las pruebas de laboratorio en jarras). Los resultados se repitieron en un ensayo posterior. La melaza tratada durante los dos últimos ensayos fue lo suficientemente clarificable como para filtrarse, aunque comenzó a obstruir el filtro hacia el final del proceso.

En general, la separación centrífuga de la melaza no arrojó resultados aceptables. Se cree que la turbulencia dentro de la centrífuga desintegra las partículas de flóculos y, una vez rotas, no se separan bajo la fuerza centrífuga como lodo.

Parecería que la diferencia de densidad entre las partículas de floculante desintegradas y la melaza es demasiado pequeña para permitir la eliminación adecuada del lodo por la fuerza centrípeta al pasar por la centrífuga.

La centrifugación, con o sin floculante o tratamiento químico, no eliminó por completo las partículas que causan la obstrucción del filtro. Sin embargo, se observó que los sólidos suspendidos floculados de la melaza tratada químicamente tendían a sedimentarse en el tanque de alimentación.

Esto dio lugar a una serie de investigaciones sobre la clarificación por sedimentación de la melaza C.

2.2.4. Factores que afectan la clarificación por sedimentación

Con base en la sedimentación observada en los tanques durante las pruebas con la centrífuga, se realizó una extensa serie de experimentos de laboratorio para identificar un floculante (o floculantes) capaz de consolidar los sólidos suspendidos en la melaza y provocar su sedimentación como lodo de la mezcla.

Se probaron numerosos floculantes, pero solo unos pocos lograron la sedimentación deseada o se acercaron al resultado deseado. El floculante seleccionado para esta serie de experimentos fue un floculante catiónico de tipo acrilato de Montan Chemicals; número de producto 6195. Este floculante fue el que mejor se comportó en las pruebas de separación centrífuga.

Seifert Hazen & Sawyer (1990) publicaron una discusión general sobre los regímenes de sedimentación observados durante la clarificación. Shelly (1997) citó a Richard Cordile (p. 66): «Determinar la mezcla ideal para las condiciones específicas del sitio es más un arte que una ciencia». Simpson (1996) informó que el potencial zeta medido debe ser cero para una sedimentación óptima. Describió cuatro funciones para un buen floculante: en primer lugar, debe acelerar la velocidad de sedimentación; en segundo lugar, debe reducir el volumen de lodo; en tercer lugar, debe producir un rebose limpio; y, por último, este rebose debe ser fácil de filtrar.

Se identificaron e investigaron diversos factores que afectan la eficiencia del proceso de clarificación. Estos incluyeron los efectos de la temperatura, la edad de la melaza, la variación en los lotes de floculante, el momento de adición del producto químico, la concentración del floculante, la cantidad de productos químicos de acondicionamiento utilizados y la concentración de sólidos de melaza en solución antes de la floculación.

Estos factores se estudiaron en la planta piloto y se observó que desempeñan un papel importante en el proceso final, lo que condujo al diseño y la operación de una planta comercial.

2.2.5. La caña de azúcar

La caña de azúcar (*Saccharum officinarum* L.) es una planta monocotiledónea perteneciente a la familia de las gramíneas. De su tallo se extrae un jugo con alto contenido de azúcar que se utiliza en la producción de sacarosa cristalina, panela y biocombustibles.

El cultivo de caña de azúcar y la producción de panela son de gran importancia en Colombia debido a su importante participación en la economía, la generación de empleo y su papel en la seguridad alimentaria de la población [7].

La panela se comercializa principalmente en forma granulada o en bloque, con pocas alternativas de comercialización. Sin embargo, el jugo de caña de azúcar (JCP) es un producto susceptible de ser convertido a polvo mediante secado por aspersion, con la adición de portadores [8].

El suero es la parte acuosa de la leche que queda tras la separación de la cuajada, resultante de la coagulación de las proteínas lácteas por enzimas ácidas o proteolíticas [9], y retiene aproximadamente el 55 % del total de los ingredientes lácteos, como la lactosa, las proteínas solubles, los lípidos y las sales minerales [10].

Se estima que el suero constituye aproximadamente el 90 % del total de la leche utilizada en la industria quesera [10], y su eliminación inadecuada causa graves problemas ambientales debido a su alto contenido orgánico. Una alternativa al uso del suero es su transformación mediante un proceso de separación por membranas (ultrafiltración) en concentrado de proteína de suero (CPV).

El CPV es una fuente importante de proteínas, que se encuentran en un rango de 35 a 80 % en peso [11]. La β -lactoglobulina (β -Lg) y la α -lactoalbúmina (α -La) son las principales proteínas del suero (representan aproximadamente el 70 % de la fracción proteica del suero) y aportan características compositivas y estructurales a los productos [11].

El WPC posee numerosas propiedades funcionales, como excelente emulsificación, capacidad de formación de películas y propiedades tensioactivas, además de un alto valor nutricional [12].

El proceso de secado por aspersion permite la transformación de soluciones o suspensiones líquidas en productos en polvo como

partículas amorfas, que se forman rápidamente mediante la eliminación del agua y el enfriamiento rápido del material [13].

Las variables que influyen en el proceso, como la temperatura del aire de secado, la velocidad del disco atomizador y la formulación del alimento, definen el rendimiento del procesamiento y las características del producto obtenido. Por lo tanto, es importante determinar las condiciones óptimas del proceso.

El secado por aspersión de JCP, así como de frutas, extractos vegetales y miel con alto contenido de azúcares de bajo peso molecular (sacarosa, glucosa y fructosa) y ácidos orgánicos (tartárico, cítrico y málico), presenta dificultades debido a la alta adhesividad de las partículas.

Los polvos amorfos presentan alta higroscopicidad, lo que aumenta la solubilidad de los azúcares con la temperatura y disminuye el punto de fusión, así como la temperatura de transición vítrea, contribuyendo al aumento de los problemas de pegajosidad [14].

Esto afecta considerablemente el rendimiento del proceso debido a la adhesión a las paredes del secador. Una forma de desarrollar un buen proceso de secado para este tipo de material es aumentar la Tg del producto con sustancias de alto peso molecular [14], como las proteínas. Las proteínas, al ser el surfactante, migran preferentemente a la interfaz aire-agua, una característica que, combinada con su propiedad de formación de película después del secado, es responsable de superar la viscosidad de las soluciones azúcar-proteína [15].

Además, se requieren proteínas lácteas en menor cantidad para convertir con éxito alimentos ricos en azúcar en polvos en comparación con los aditivos de uso común, como las maltodextrinas.

El WPC se ha utilizado como vehículo en procesos de secado por aspersión de productos ricos en azúcar, como el jugo concentrado de remolacha, la pulpa de tamarindo y la miel enriquecida, debido a su influencia en las propiedades, la estabilidad y el porcentaje de recuperación del polvo.

III. RESULTADOS

3.1. Preparación de muestras y secado por aspersion

Las soluciones de alimentación se prepararon según la contribución de WPC (b.s.) del diseño experimental (Tabla 1).

Tabla 4 Diseño experimental

Tratamientos	Efectos			
	Temperatura del aire de entrada (A)	Temperatura del aire de salida (B)	Velocidad del disco atomizador (C)	Contribución del WPC (D)
	(°C)	(°C)	(rpm)	(% d.b.)
1	155	75	23500	65
2	155	82.5	23500	40
3	155	82.5	23500	65
4	130	90	21000	90
5	155	82.5	23500	65
6	180	75	21000	90
7	155	82.5	26000	65
8	180	75	26000	90
9	130	90	26000	90
10	130	82.5	23500	65
11	130	75	26000	40
12	180	82.5	23500	65
13	155	82.5	23500	90
14	155	82.5	21000	65
15	155	90	23500	65
16	180	90	26000	40
17	180	90	21000	40
18	130	75	21000	40

El JCP y el WPC se pesaron y se mezclaron en un homogeneizador a 5000 rpm durante 5 min a 25 °C. Posteriormente, la solución se filtró a través de una malla de 500 µm.

El proceso de secado por aspersion se llevó a cabo utilizando un secador por aspersion, con un disco atomizador, en el que el caudal de alimentación se ajusta según las temperaturas de entrada y salida del aire de secado. Todas las pruebas se realizaron a la misma presión de vacío (1,5 en H₂O).

3.1.1. Rendimiento del secado por aspersión

- **Rendimiento efectivo**

Se determinó como la relación porcentual (g/g) entre los sólidos totales del polvo resultante (SR) y el contenido total de sólidos de la mezcla de alimentación (SF) [16].

$$R_{ef} = \frac{S_R}{S_F} * 100$$

- **Sólidos adheridos (Sad)**

Se determinó como la relación porcentual (g/g) entre los sólidos presentes en el polvo adherido a la pared interna del secador (SS) y el contenido total de sólidos en la mezcla de alimentación (SF).

$$S_{ad} = \frac{S_S}{S_F} * 100$$

- **Actividad del agua (aw)**

Se determinó con un higrómetro de punto de rocío a 25 °C.

- **Solubilidad**

Se determinó mediante el método de Eastman y Moore (1984), con algunas modificaciones propuestas por Cano-Chauca et al. [17]. La muestra de polvo (1 g) se homogeneizó con 100 ml de agua destilada durante 5 minutos. La solución se colocó en un tubo y se centrifugó a 3000 rpm durante 5 minutos a 25 °C. Una alícuota de 25 ml del sobrenadante se transfirió a placas de Petri previamente pesadas y se secó en horno a 105 °C durante 5 horas. La solubilidad se determinó como el porcentaje (g/g) de los sólidos del sobrenadante respecto al peso de la muestra.

- **Mojabilidad**

Se evaluó mediante el método estático sugerido por Freudig, Hogekamp y Schubert [18], con algunas modificaciones propuestas por Ceballos, Giraldo y Orrego [19]. Se colocó una muestra de cada producto (aproximadamente 1 g) en un dispositivo con un portaobjetos. Al retirar el portaobjetos, el polvo se puso en contacto

con 100 ml de agua sin agitar, colocados en un vaso de precipitados de 5 cm de diámetro. El tiempo de humectación corresponde al tiempo necesario para la inmersión completa de la muestra de polvo en agua a 20 °C.

- **Higroscopicidad**

Se aplicó el método descrito por Caparino et al. [20], con algunas modificaciones. Se colocaron muestras (aproximadamente 1 g) de cada producto en polvo en placas de Petri y se mantuvieron a 25 °C y 70 % de humedad relativa en cámaras climáticas durante una semana. La higroscopicidad se expresó como g de agua absorbida por 100 g de sólidos secos.

- **Densidad aparente. (ρ_{bulk}).**

Se midió mediante el método descrito por Caparino et al. [20]. Se transfirió una muestra de 5 g a una probeta graduada de vidrio de 25 ml, la cual se levantó y dejó caer manualmente por su propio peso hasta observar una diferencia insignificante de volumen. La densidad se calculó dividiendo la masa del polvo entre el volumen ocupado en la probeta.

- **Tamaño de partícula ($T_{\text{partícula}}$) y morfología.**

Estas propiedades se determinaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) con detector de electrones secundarios. El equipo se operó con voltajes de 15 y 20 kV, y las muestras se recubrieron con una fina capa de oro. Las microfotografías se obtuvieron con aumentos de 500X, 1000X y 2000X.

- **Temperatura de transición vítrea (T_g)**

Se determinó mediante calorimetría diferencial de barrido, previamente calibrado con indio. Se pesaron aproximadamente 6 mg de muestra en cápsulas de aluminio y se sometieron a un rango de

temperatura de -40 °C a 140 °C con una velocidad de calentamiento de 5 °C/min.

- La humedad y el color se determinaron mediante los métodos descritos en la caracterización de las materias primas.

3.1.2. Análisis estadístico

La evaluación del proceso se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta con un diseño compuesto central, cuyas variables independientes fueron las siguientes: (A) temperatura de entrada del aire (130-180 °C), (B) temperatura de salida del aire (75-90 °C), (C) velocidad del disco atomizador (21 000-26 000 rpm) y (D) contribución de WPC en la alimentación (40-90 %) (Tabla 1).

Las variables de respuesta del proceso fueron: rendimiento efectivo (Ref), sólidos adheridos a las paredes del secador (Sad), contenido de humedad, actividad de agua (a_w), solubilidad, mojabilidad, higroscopicidad, densidad aparente, tamaño y morfología de las partículas, temperatura de transición vítrea (T_g) y color.

Las pruebas se realizaron por triplicado. El análisis estadístico se realizó con el software Design Expert 10 con un nivel de significancia del 5 %. El análisis de regresión se ajustó mediante un modelo polinomial de segundo orden, descrito por Yolmed y Jafari [21].

IV. DISCUSIÓN

Las propiedades fisicoquímicas del JCP, el WPC y las tres soluciones preparadas se presentan en la Tabla 2.

Tabla 5 Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de las materias primas

Parámetro	JCP	WPC	Solución S40	Solución S65	Solución S90
Sólidos (%)	62.54±0.18	17.00±0.01	30±0.01	23±0.01	18±0.01
Humedad (%)	37.46±0.18	83.00±0.01	70±0.01	77±0.01	82±0.01
pH	5.55±0.02	6.16±0.01	5.96±0.02	5.98±0.02	6.07±0.03
Viscosidad (mPa-s)	---	---	8.39±0.05	6.26±0.04	4.87±0.10
Potencial zeta (mV)	---	---	-30.97±0.67	-29.90±0.61	-27.30±0.53
L*	---	---	90.24±0.07	91.24±0.09	90.78±0.02
a*	---	---	0.04±0.01	-0.14±0.02	-0.36±0.03
b*	---	---	11.72±0.14	10.98±0.09	10.08±0.04

El potencial zeta indicó que las soluciones eran estables; sin embargo, tendían a ser más estables cuanto mayor era la contribución del JCP en la mezcla. Los valores del potencial zeta fueron negativos debido a que el pH de las mezclas (pH \approx 6) es mayor que el punto isoeléctrico de las proteínas del suero (pI \approx 5). Ghasemi et al. [22] mencionaron que el aumento de los valores de pH por encima del punto isoeléctrico de las proteínas provoca un aumento de la cantidad de grupos OH⁻ en la superficie de los aminoácidos, en mayor medida que la de los grupos H⁺, por lo que las cargas negativas en la proteína serán dominantes.

La viscosidad obtenida (comportamiento de fluido newtoniano) fue adecuada para el trabajo en el secador por aspersion, ya que se encuentra dentro del rango de trabajo del equipo. Los colores de las muestras fueron característicos de las materias primas y de la proporción de cada una en la mezcla, con valores cercanos a 0 para el parámetro a*, lo que indica un color neutro en el plano del verde al rojo.

El parámetro b* indicó una tendencia hacia un color amarillo, que disminuyó a medida que aumentaba el CPA en la mezcla. Los resultados obtenidos experimentalmente para cada variable analizada se muestran en la Tabla 3.

Tabla 6 Resultados experimentales del secado por aspersión en sistemas combinados de JCP y WPC

Run	Response variables												
	R _{ul} (%)	S _{ad} (%)	X _e (%)	A _o	Solubility (%)	P _{max} (g/ml)	Wettability (min)	Hygroscopicity (%)	T _{particle} (µm)	Color L*	Color a*	Color b*	
1	38.44	35.52	8.59±0.39	0.364±0.011	93.13±2.89	0.50±0.01	33.94±3.75	14.55±0.34	11.84±0.18	90.47±0.43	-0.23±0.05	10.80±0.28	
2	33.44	45.96	7.17±0.06	0.294±0.024	81.05±2.53	0.54±0.02	17.43±1.43	14.67±0.26	13.02±0.30	89.43±0.31	-0.10±0.02	10.75±0.05	
3	71.84	15.99	6.17±0.47	0.235±0.017	89.30±2.40	0.51±0.02	39.10±0.78	15.60±0.08	13.83±0.13	90.55±0.17	-0.21±0.03	10.35±0.10	
4	81.05	8.34	4.42±0.25	0.243±0.013	89.83±2.27	0.45±0.02	130.54±6.54	15.67±0.29	13.88±0.04	91.77±0.10	-0.39±0.01	9.41±0.08	
5	73.86	13.9	5.94±0.15	0.245±0.010	90.81±1.77	0.49±0.02	41.09±1.38	16.14±0.51	15.08±0.27	90.14±0.18	-0.23±0.03	10.24±0.34	
6	36.16	35.25	7.45±0.24	0.267±0.002	92.64±0.77	0.49±0.02	62.34±2.82	16.29±0.32	11.15±0.22	91.75±0.21	-0.42±0.02	9.07±0.18	
7	61.15	24.29	7.02±0.38	0.255±0.002	93.05±1.45	0.36±0.01	69.59±2.33	20.79±0.19	14.33±0.37	90.31±0.36	-0.27±0.01	9.73±0.07	
8	63.98	15.46	6.06±0.19	0.318±0.006	93.06±3.84	0.49±0.01	75.88±3.56	13.14±0.57	12.88±0.18	91.50±0.11	-0.35±0.01	8.84±0.04	
9	72.44	14.93	5.37±0.33	0.189±0.008	91.48±0.16	0.39±0.01	81.34±4.25	19.38±0.13	14.11±0.20	91.68±0.39	-0.50±0.03	9.54±0.02	
10	74.23	15.58	6.44±0.25	0.202±0.004	93.30±0.17	0.36±0.01	60.76±2.05	21.68±0.77	16.37±0.61	90.18±0.29	-0.25±0.02	10.10±0.12	
11	40.48	43.38	7.74±0.30	0.301±0.003	87.08±3.63	0.53±0.03	17.30±0.72	13.96±0.57	10.25±0.25	89.22±0.21	0.04±0.01	10.71±0.02	
12	64.97	18.15	6.92±0.26	0.298±0.001	90.45±2.20	0.53±0.004	66.04±1.54	20.66±0.28	13.53±0.19	89.83±0.09	-0.31±0.02	10.36±0.07	
13	80.64	9.67	6.49±0.24	0.259±0.007	90.96±0.62	0.42±0.01	61.32±2.93	16.98±0.40	13.06±0.35	91.59±0.10	-0.37±0.02	9.13±0.05	
14	63.18	20.44	6.95±0.39	0.261±0.009	93.01±0.52	0.52±0.02	67.89±2.03	19.96±0.05	14.81±0.03	89.76±0.34	-0.25±0.04	10.57±0.31	
15	57.19	25.04	5.89±0.31	0.301±0.005	92.01±3.06	0.48±0.02	61.97±2.70	21.41±0.37	12.26±0.15	90.46±0.25	-0.34±0.01	9.79±0.13	
16	36.89	45.84	6.96±0.25	0.256±0.006	91.80±1.26	0.49±0.02	19.51±0.35	11.39±0.30	10.74±0.23	89.69±0.09	-0.12±0.02	10.77±0.07	
17	20.89	52.4	8.35±0.08	0.298±0.002	81.57±2.99	0.64±0.01	16.13±1.46	18.84±0.16	12.64±0.17	87.72±0.14	-0.13±0.01	11.79±0.05	
18	30.82	50.03	7.82±0.06	0.311±0.002	84.19±4.22	0.59±0.004	13.52±1.17	18.25±0.13	12.65±0.12	88.09±0.20	-0.01±0.01	11.47±0.11	

La Tabla 4 muestra los coeficientes del modelo ajustado para las variables de respuesta que presentan diferencias estadísticamente significativas entre tratamientos ($p < 0,05$).

Tabla 7 Coeficientes de regresión de segundo orden para las variables de respuesta

Coeficiente t	R _{ref}	S _{ad}	X _w	A _w	Solubility	ρ_{bulk}	T _{particle}
	(%)	(%)	(%)		(%)	(g/ml)	(μm)
B	-1379.214	1125.868	67.842	4.115	583.617	4.249	-228.5674
β_A	-9.0310	4.9860	0.1098	0.0129*	-1.6279	0.0078*	-0.2091*
β_B	45.1026	-28.9554	-1.7825*	-0.1565	-6.2320	-0.1079	7.2368
β_C	0.0178	-0.0193	3.52×10^{-4}	0.0002	-0.0175*	1.39×10^{-4} *	-0.0042
β_D	-0.3684*	-0.3841*	0.2375	-0.0175*	2.7439*	-0.0469*	0.4547
β_{AB}	0.0428	-0.0183	3.23×10^{-3}	---	0.0122	---	-0.0037
β_{AC}	8.56×10^{-5}	-5.26×10^{-5}	-7.30×10^{-6}	1.46×10^{-7}	1.24×10^{-5}	---	3.99×10^{-6}
β_{AD}	0.0070	-3.86×10^{-5}	-1.36×10^{-3}	-8.83×10^{-6}	---	1.22×10^{-5}	-0.0005
β_{BC}	-0.0002	1.77×10^{-4}	6.95×10^{-6}	-9.09×10^{-7}	5.78×10^{-5}	-9.37×10^{-5}	-6.57×10^{-6}
β_{BD}	0.0199	-0.0147	-0.0011	0.0002	-0.0112	0.0004	-0.0053
β_{CD}	---	---	2.03×10^{-6}	9.52×10^{-8}	-2.19×10^{-5}	3.08×10^{-7}	1.25×10^{-5} *
β_A^2	0.0092	-6.24×10^{-3}	-3.45×10^{-4}	-4.47×10^{-5}	0.0009	-1.65×10^{-5}	0.0013
β_B^2	-0.2853*	0.1691*	6.10×10^{-3}	0.0010*	0.0221	0.0006	-0.0372*
β_C^2	-2.72×10^{-7}	2.55×10^{-7}	---	-3.15×10^{-9}	2.72×10^{-7}	-2.11×10^{-9}	6.88×10^{-8}
β_D^2	-0.0109	0.0113	---	---	-0.0085*	4.25×10^{-5}	-0.0018
R ²	0.9665	0.973	0.9272	0.9226	0.9625	0.9228	0.977
Lack of fit	0.1249 ^{NS}	0.1854 ^{NS}	0.2012 ^{NS}	0.2176 ^{NS}	0.4346 ^{NS}	0.1991 ^{NS}	0.9059 ^{NS}
P-value (model)	0.0241*	0.016*	0.0386*	0.0443*	0.0299*	0.0441*	0.047*

4.1. Rendimiento efectivo

El rendimiento efectivo osciló entre el 20,89 % y el 81,65 % (Tabla 3), similar al rendimiento del 61,16 % al 78,56 % reportado para el jugo de remolacha con CPA [23].

La Figura 3 muestra que un aumento en el contenido de CPA provoca un aumento en la cantidad de polvo recolectado.

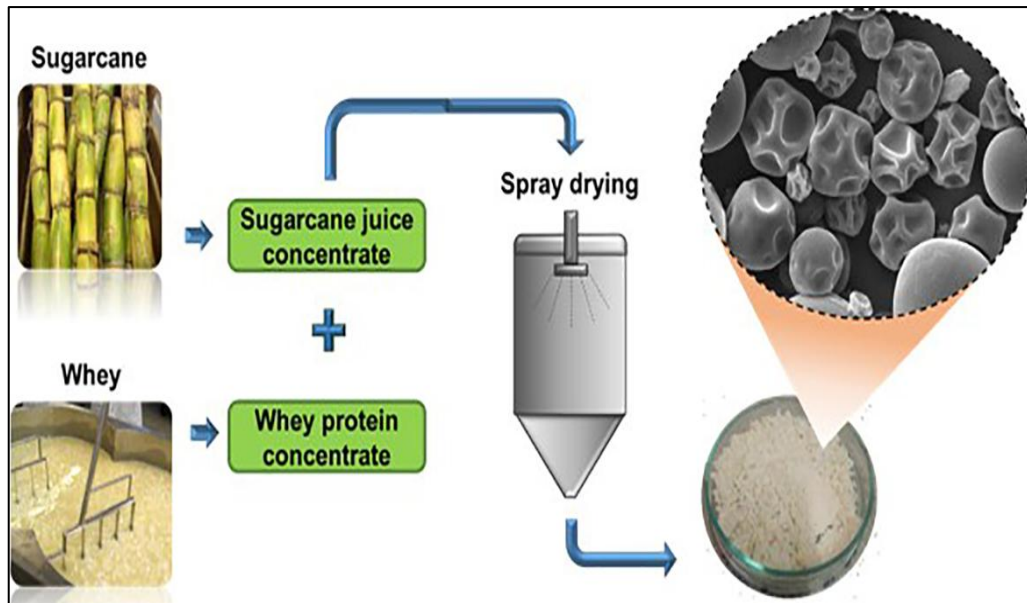


Fig. 3 Resumen Gráfico

Esto coincide con los resultados obtenidos para el secado por aspersion de jugo de morera negra [24] y jugo de naranja [3], que presentaron mayores rendimientos con el aumento del agente portador.

Este comportamiento se debió a la migración preferencial de la proteína a la interfaz aire/agua y a la formación de una película rica en proteínas, que se transforma en una película vítrea al ser sometida a aire caliente seco [23].

La superficie resultante es capaz de superar la coalescencia de las gotas, así como las interacciones adhesivas de las partículas en la pared del secador [15].

En varios estudios, se ha demostrado que la adición de una menor cantidad de proteína, como WPC o WPI (aislado de proteína de suero), es necesaria para el secado por aspersion de alimentos ricos en azúcar, en comparación con otros agentes como la maltodextrina [12].

La Figura 4 ilustra la tendencia al aumento del rendimiento a medida que se eleva la temperatura del aire de salida, que se mantiene hasta aproximadamente 85 °C.

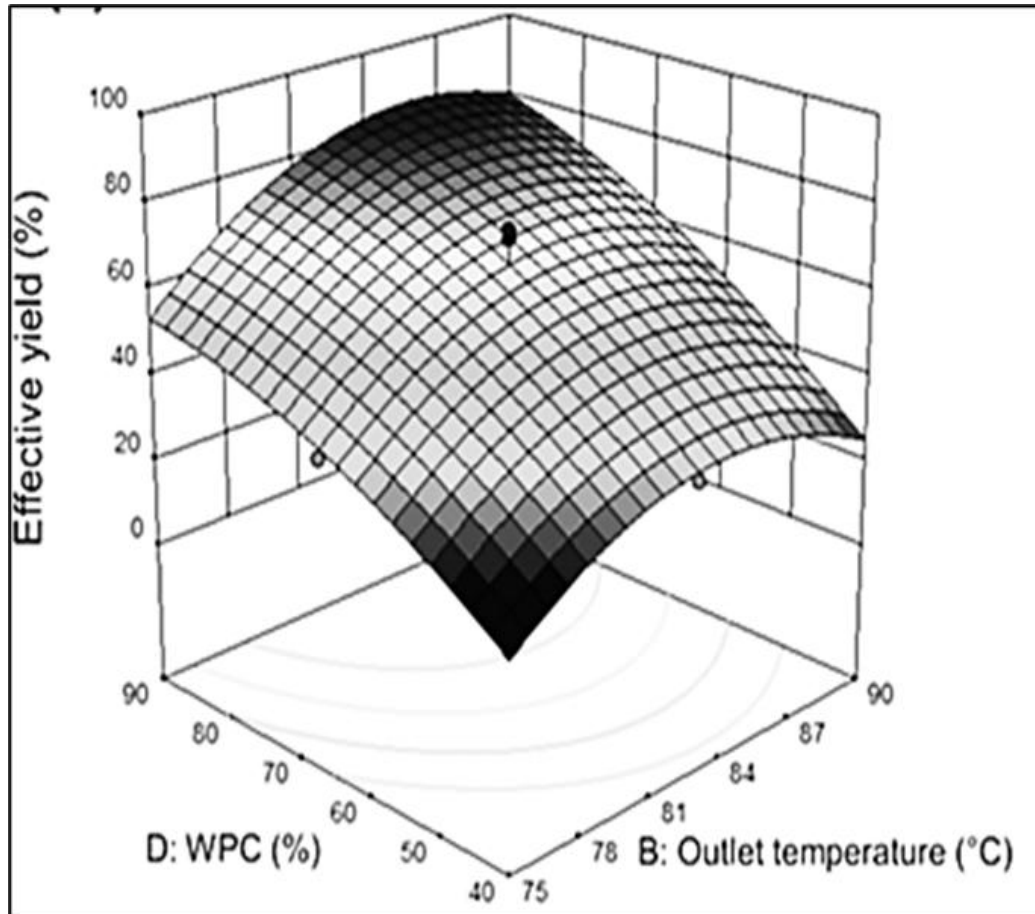


Fig. 4 Superficies de respuesta para rendimiento efectivo (*)

(*) A una temperatura del aire de entrada de 155 °C y 23 500 rpm.

El aumento de la temperatura de salida provocó una disminución del flujo de alimentación y, por lo tanto, la eficiencia térmica del proceso aumentó, como lo mencionaron Tonon, Brabet y Hubinger [2].

4.2. Sólidos adheridos

Los sólidos adheridos variaron del 8,34 % al 52,4 % (Tabla 6). Los resultados concuerdan con Largo et al. [8] y Rojas et al. [25], quienes obtuvieron valores de 6,1-86,5% para jugo de caña de azúcar con maltodextrina (10-20 %) y de 9,9-49,4% para extractos líquidos de sisal (*Furcraea* spp.) con goma xantana, respectivamente.

Los sólidos adheridos a la cámara de secado dependen significativamente del aporte de CPA en la mezcla de alimentación,

aumentando la adhesión de las partículas a las paredes a medida que disminuye el CPA (Figura 5).

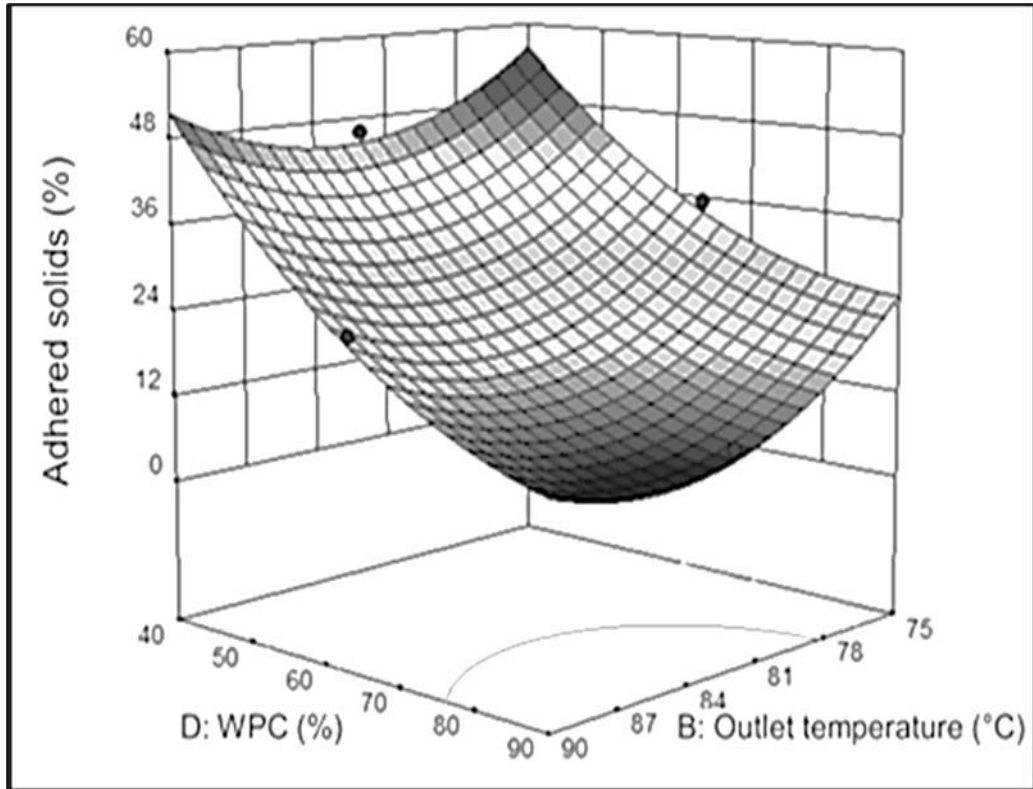


Fig. 5 Superficies de respuesta para sólidos adheridos (*)

(*) A una temperatura del aire de entrada de 155 °C y 23 500 rpm.

El CPA tiene un alto contenido de azúcar, y la cantidad de proteína aportada en la solución no es suficiente para la formación efectiva de una película de cada partícula.

Así, la superficie de las partículas, ocupada principalmente por azúcares de bajo peso molecular, aumenta la unión adhesiva entre las partículas y la superficie de la pared, lo que favorece la deposición sobre las paredes al aumentar la superficie de contacto con el tiempo [26].

4.3. Humedad

La humedad osciló entre el 4,42 % y el 8,59 % de peso en peso, valores superiores a los reportados por Largo et al. [8] y Khuenpet et al., quienes

obtuvieron polvos de caña de azúcar con maltodextrina con humedades inferiores al 2 % y al 5 %, respectivamente.

Los valores obtenidos en este estudio podrían explicarse por la alta capacidad del WPC para retener agua, como mencionan Ezhilarasi et al. [27].

La humedad del polvo se vio influenciada únicamente por la temperatura de salida, y cuando esta es mayor, la humedad del polvo es menor (Figura 6).

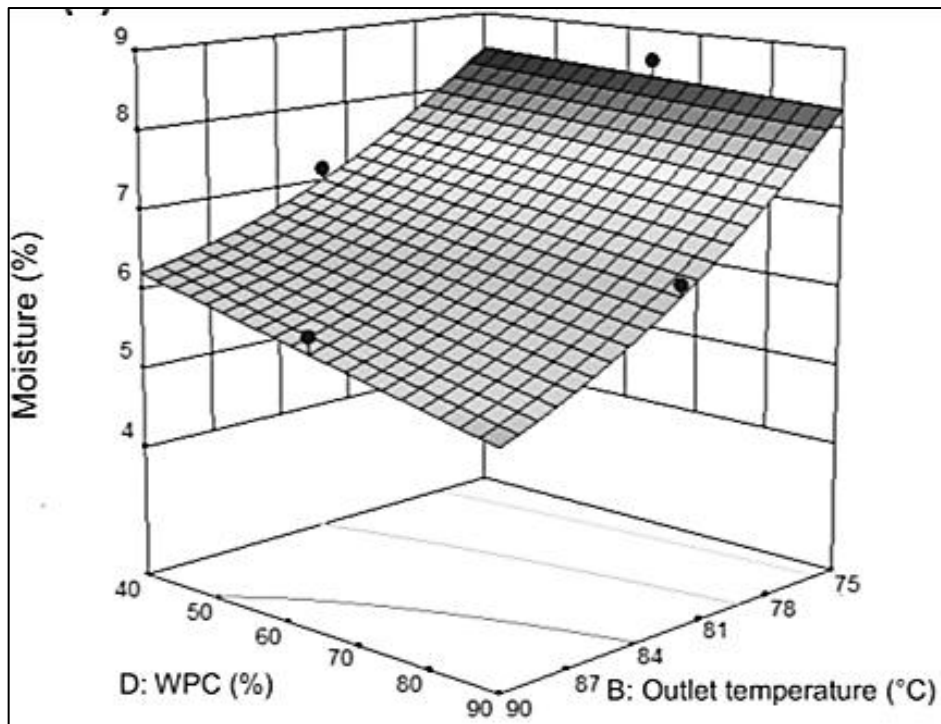


Fig. 6 Superficies respuesta para humedad a temperatura entrada 155 °C y 23500 rpm

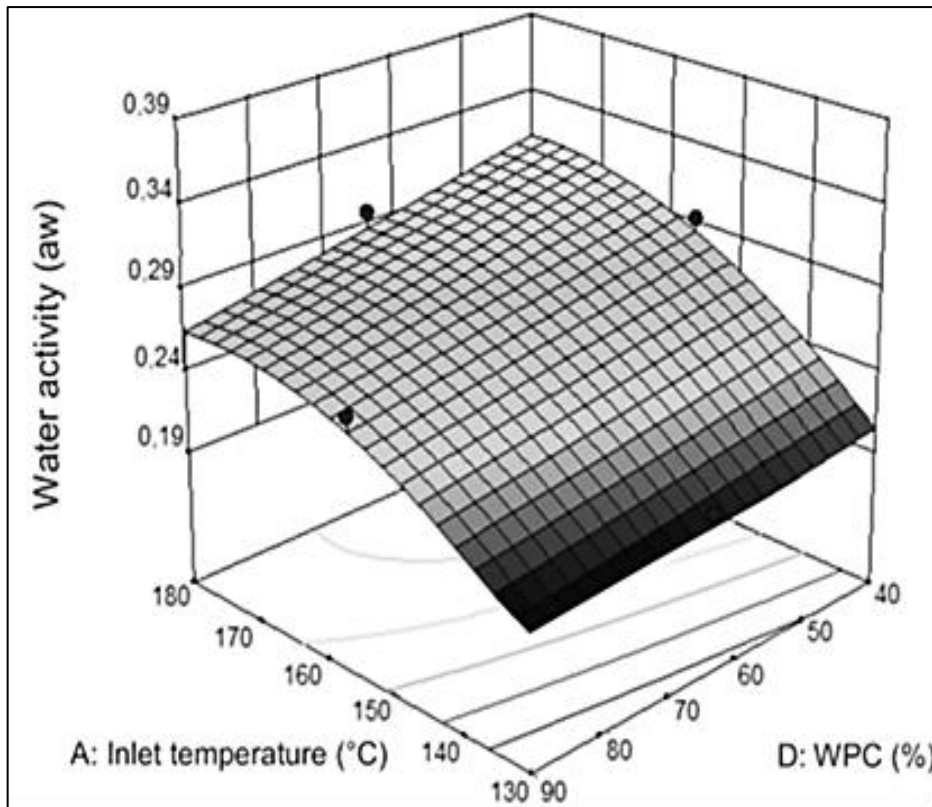


Fig. 7 Superficies respuesta actividad de H₂O a 23500 rpm y temperatura de salida 82,5 °C.

Este comportamiento probablemente se debe a que el flujo de alimentación al secador se ajusta a un valor menor cuando el gradiente de temperatura es menor, lo que permite un mayor tiempo de contacto entre la solución y el medio de secado, una transferencia de calor más eficiente y una mayor cantidad de agua evaporada.

Este comportamiento se observó en el secado por aspersion de jugo de granada [28] y pulpa de tamarindo.

Algunos autores observaron una disminución en el contenido de humedad debido a un aumento en la temperatura de entrada [23] y un aumento en la concentración de sólidos en la alimentación [23] debido a una mejor transferencia de calor y una menor cantidad de agua a evaporar, respectivamente.

Sin embargo, en el presente estudio, es posible observar un ligero aumento en el contenido de humedad con el aumento de sólidos en la alimentación (mayor contribución de JCP) causado por el aumento en la viscosidad y su efecto en la difusión del agua de la partícula [28].

4.4. Actividad de agua (aw)

Los valores de aw oscilaron entre 0,19 y 0,36 (Tabla 6), valores similares a los obtenidos por Fang y Bhandari para el polvo de jugo de arrayán (0,189 a 0,293).

Khuenpet et al. obtuvieron un rango inferior de valores de aw (0,198 a 0,241) para el polvo de caña de azúcar, debido al uso de maltodextrina como agente portador y a las diferencias en los flujos y las temperaturas. Sin embargo, los polvos con un valor de aw inferior a 0,3 se consideran microbiológica y químicamente estables.

4.5. Solubilidad

La solubilidad osciló entre el 81,05 % y el 93,30 %, como se muestra en la Tabla 6. Los resultados son similares a los obtenidos por Ochoa et al. para el polvo de jugo de granada y manzana (86,24 % a 94,53 %), pero son inferiores a los encontrados por Largo et al. [8] (superior al 97 %).

En general, la alta solubilidad de todas las muestras podría deberse a la naturaleza amorfa del producto [29] y puede considerarse un buen indicador de la conservación del estado nativo de las proteínas presentes en las muestras, aunque la desnaturalización por sí sola no es suficiente para causar una pérdida de solubilidad medible [30].

Anandharamakrishnan, Rielly y Stapley [31] observaron que las bajas temperaturas de salida del aire (60 °C y 80 °C) tuvieron poco efecto en las solubilidades de α -La y β -Lg (rango similar al de este estudio) al secar WPI; sin embargo, se vieron significativamente afectadas por temperaturas más altas (100 °C y 120 °C) debido a la considerable desnaturalización de estas proteínas.

La Figura 8 muestra que existe un ligero aumento en la solubilidad a medida que aumenta la velocidad del atomizador.

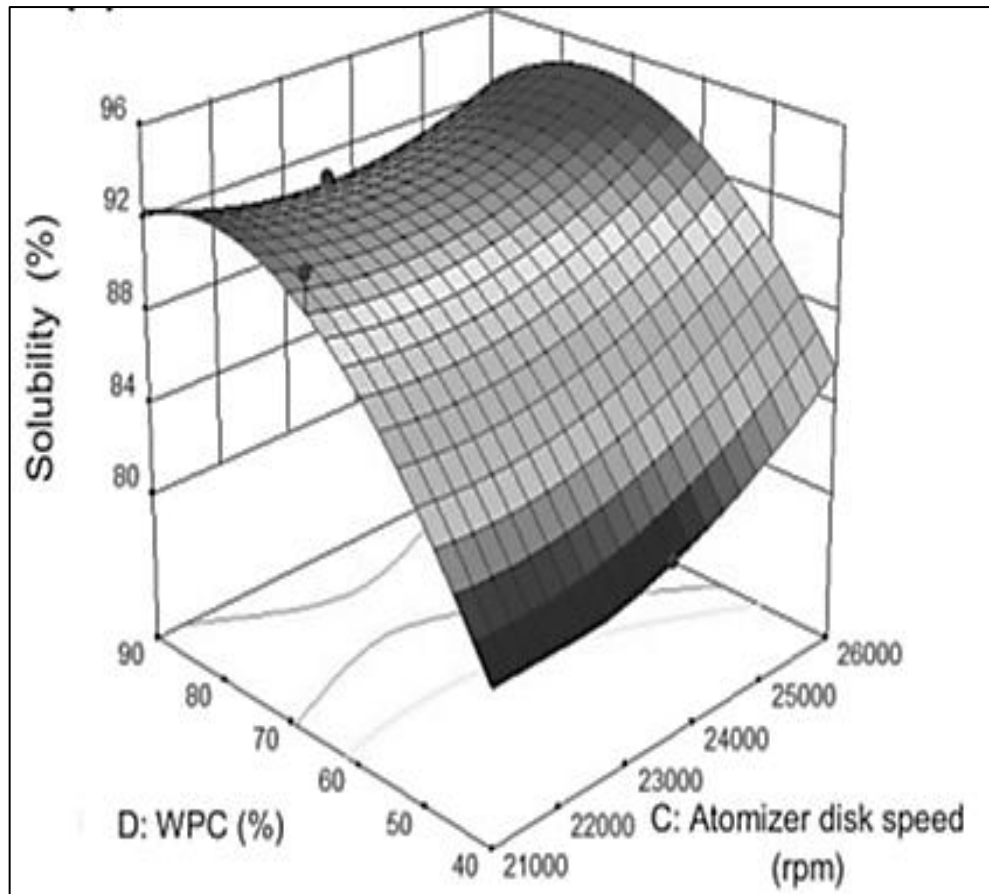


Fig. 8 Superficies respuesta para solubilidad (*)

(*) A temperatura del aire de entrada de 155 °C y una temperatura del aire de salida de 82,5 °C.

Las altas velocidades de atomización generan tamaños de partícula más pequeños, y la solubilidad de las partículas pequeñas es mayor que la de las partículas grandes [32] 42].

La solubilidad del producto disminuye considerablemente al disminuir la cantidad de WPC, lo cual puede verse influenciado por el aumento de los sólidos totales de las soluciones de alimentación.

Una alimentación más concentrada forma una costra seca más rápidamente, y la temperatura de la partícula puede elevarse alejándose de la temperatura de bulbo húmedo [32].

Esto puede causar procesos de desnaturalización o agregación de las proteínas presentes, lo que afecta directamente la solubilidad del producto [32].

Sin embargo, la sacarosa, el componente principal del JCP, es altamente soluble en agua, lo que sugiere interacciones con los demás componentes de la solución de alimentación.

Algunos estudios revelaron una mayor solubilidad de los polvos a medida que aumenta la cantidad de agente portador, como maltodextrina, goma arábica e inulina, debido a su alta solubilidad en agua.

4.6. Mojabilidad

La humectabilidad de los polvos varió de 13,52 a 130,54 min.

Estudios de productos secados por aspersión revelaron tiempos de humectación menores que los obtenidos en este estudio, con rangos de 0,75 a 1,33 min para el jugo de caña de azúcar [33] y de 0,21 a 2,83 min para los jugos de granada y manzana [34].

La Figura 3b muestra que una disminución en el WPC contribuyó considerablemente a una menor humectabilidad del producto.

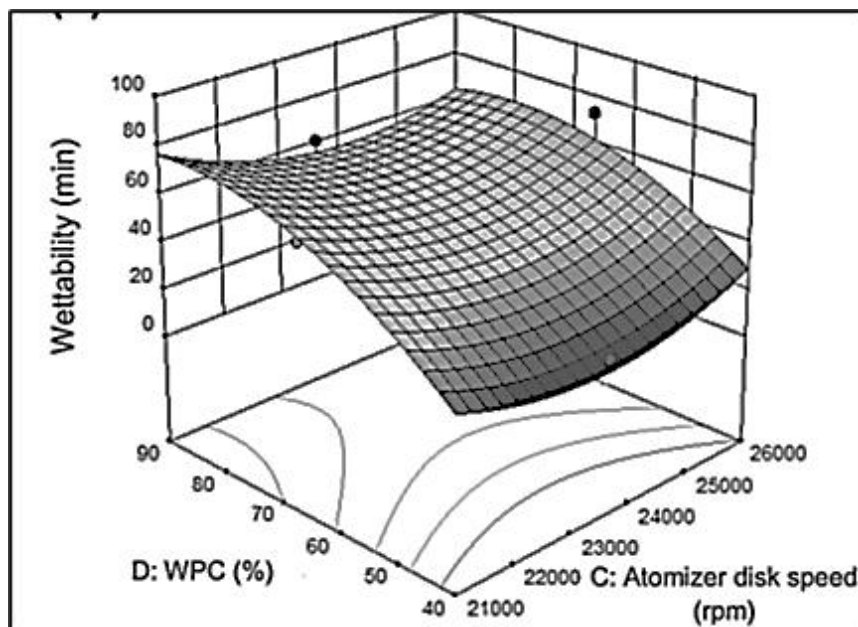


Fig. 9 Superficies de respuesta para mojabilidad (*)

(*) A una temperatura del aire de entrada de 155 °C y una temperatura del aire de salida de 82,5 °C.

Porras-Saavedra et al. [35] y Gaiani et al. [36] mencionaron que las partículas con un alto contenido de proteína en la superficie tardan más tiempo en humectarse por completo, con tiempos menores a 70,58 y 25 min, respectivamente.

Los productos con mayores cantidades de WPC tienen una menor densidad y partículas más ligeras que flotan en la superficie del agua, lo que aumenta el tiempo que tarda todo el producto en humedecerse y caer.

Jafari, Ghalenoei y Dehnad [37] observaron que las partículas con menor densidad tardaban más en hundirse en el agua. Sin embargo, la baja densidad se debía a una temperatura de entrada elevada.

A menor contenido de WPC, la sacarosa presente en las partículas entra en contacto con el agua con mayor facilidad, lo que reduce el tiempo de humectabilidad, asociado con un menor tiempo de solubilización de los azúcares.

4.7. Higroscopicidad

La higroscopicidad del polvo varió entre el 11,39 % y el 21,68 % g de agua/g de sólidos.

Bazaria y Kumar [23] y Bhusari et al. [14] reportaron higroscopicidades similares con valores entre 5.59-11.13 y 16.61-28.96 g agua/100 g sólidos, respectivamente.

Los altos valores obtenidos se debieron a la naturaleza altamente higroscópica de los polvos obtenidos a partir de materiales con alto contenido de azúcares de bajo peso molecular.

Algunos estudios indican que mayores cantidades de WPC favorecen una reducción de la higroscopicidad debido a su actividad superficial y su capacidad para formar películas con mayores valores de Tg [23].

Asimismo, altas temperaturas de entrada que favorecen la reducción de la humedad del producto provocan un aumento de la higroscopicidad dada la generación de un mayor gradiente de humedad en relación con el ambiente [28].

Sin embargo, en el presente estudio, estos comportamientos no se observaron. Solo se observó un ligero aumento de la higroscopicidad con el aumento de la temperatura de salida, posiblemente causado por la disminución de los valores de humedad y a_w bajo estas condiciones de proceso.

4.8. Densidad aparente

La densidad del polvo osciló entre 0,32 y 0,63 g/ml (Tabla 6), similar a la obtenida para la miel en polvo con WPC (0,485-0,561 g/ml) [12] y para las micropartículas obtenidas mediante secado por aspersión (0,33-0,60 g/ml) [35].

La densidad aumentó con el aumento de la temperatura del aire de entrada (Figura 10), un resultado que coincide con el de Manickavasagan et al. [38] para el secado de dátiles con maltodextrina y goma arábica.

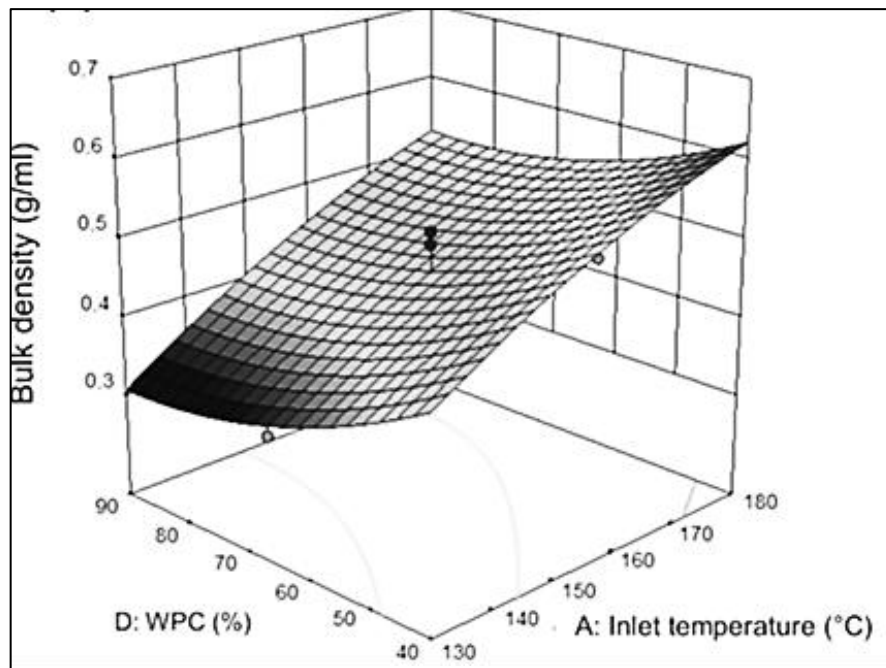


Fig. 10 Superficies de respuesta para densidad aparente (*)

(*) A una temperatura de salida de 82,5 °C y 23 500 rpm.

Esto se debe a que, a temperaturas más altas, las partículas pierden agua rápidamente, formando partículas más pequeñas y de mayor densidad.

Los resultados difieren de los encontrados por Bazaria y Kumar [23] y Fazaeli et al. [24], quienes observaron una disminución de la densidad con el aumento de la temperatura, causada por la formación de una estructura más porosa que implica una menor contracción de las gotas.

El aumento de la velocidad del disco atomizador solo provocó una ligera disminución de la densidad. Esta disminuyó con el aumento del WPC en la alimentación, probablemente porque las proteínas redujeron la adhesión de las partículas y su capacidad para formar una película aumentó el volumen de aire atrapado en ellas [23].

Los resultados concuerdan con los obtenidos por Suhag y Nanda [12] y Shi et al., quienes observaron que la densidad aparente de la miel en polvo disminuyó con el aumento de las concentraciones de WPC y WPI, respectivamente.

La disminución de la densidad probablemente se debió a que las soluciones con mayor aporte de JCP presentaron un mayor contenido de sólidos totales, lo que favorece la obtención de partículas más densas.

4.9. Tamaño y morfología de las partículas

El tamaño promedio de las partículas osciló entre 10,25 y 16,87 μm , como se muestra en la Tabla 6.

Los resultados fueron similares a los obtenidos para las partículas de açai en polvo [39] y leche de búfala en polvo [40], cuyos diámetros promedio fueron de 8-13 μm y de 8,79-13,84 μm , respectivamente.

En la Figura 11, se observa que el tamaño de las partículas es menor al aumentar la temperatura de entrada, especialmente cuando las temperaturas de salida son bajas.

Esto coincide con los resultados de Osorio et al. [7], quienes mencionan que los altos caudales de alimentación (obtenidos a altas temperaturas) pueden disminuir el tamaño de la gota y, por lo tanto, producir partículas más pequeñas con menor humedad.

Santhalakshmy et al. y Grosshans et al. obtuvieron un efecto opuesto, quienes descubrieron que las altas temperaturas del aire de entrada favorecen la formación de una capa seca de partículas y, por lo tanto, un mayor tamaño de partícula final.

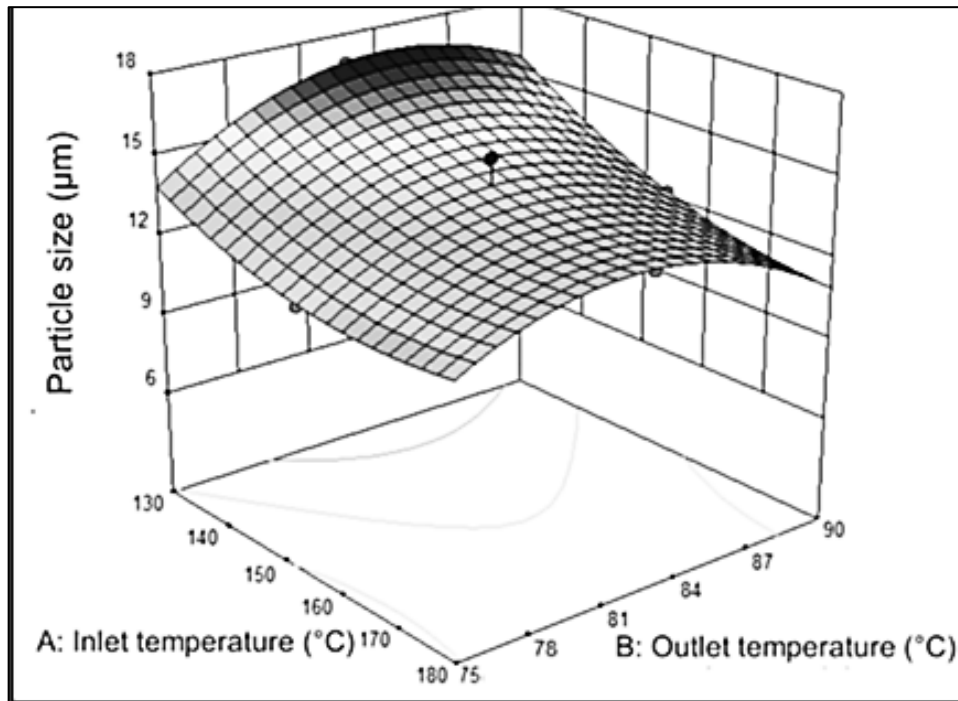


Fig. 11 Superficies de respuesta para tamaño de partícula (*)

(*) A 23 500 rpm y 65 % de sólidos WPC.

Esta diferencia probablemente se debió al bajo contenido de sólidos de la alimentación en este estudio. Por lo tanto, a altas temperaturas, se produce una rápida evaporación del agua y el bajo contenido de sólidos de las partículas impide la rápida formación de la costra, lo que provoca una mayor disminución del tamaño.

Además, cuando la contribución del WPC es baja, se forman partículas más grandes a medida que disminuye la velocidad de atomización. Esto probablemente se debió a que las bajas velocidades producen gotas más grandes que influyen directamente en el tamaño de partícula del polvo, lo cual es especialmente evidente en soluciones con mayor contenido de sólidos.

Shi et al. descubrieron que el tamaño de partícula se ve afectado por la composición de la alimentación, de modo que un aumento de maltodextrina y una disminución de WPI produjeron partículas más grandes.

Se observan las morfologías de las partículas de diversos tratamientos. Las partículas de polvo de JCP y WPC son compactas, con formas cercanas a una esfera, y presentan diferentes tamaños.

Las altas temperaturas del aire de entrada tienden a causar una mayor fragmentación de las partículas en comparación con las bajas temperaturas, lo que podría contribuir en parte al aumento de la densidad aparente en estas condiciones. Esto se debe a que, a altas temperaturas, la presión de vapor de agua aumenta, lo que favorece la ruptura de la película o costra [41].

El secado a bajas temperaturas del aire es más lento, lo que permite que el agua escape a través de la costra por difusión. Debido a los efectos de la presión y las fuerzas capilares, la partícula sufre deformaciones estructurales favorecidas por el aumento de proteínas en la superficie [42].

Las partículas con mayor contenido de WPC presentan formas más definidas y un mayor número de hendiduras, lo que aumenta su área superficial. Sin embargo, las superficies dentadas contribuyen al aumento de los valores de mojabilidad [43].

Las partículas con mayor cantidad de JCP presentan una superficie lisa a rugosa y formas irregulares a esféricas.

Esto probablemente se deba a que la cantidad de WPC añadida no fue suficiente para la formación de la película en todas las partículas, presentando pequeñas arrugas en la superficie de algunas partículas y formas irregulares en otras.

Sin embargo, las altas temperaturas de entrada causan una mayor proporción de partículas irregulares o elipsoides.

4.10. Temperatura de transición vítrea

Dada la complejidad de los productos en polvo, no fue posible determinar con exactitud la Tg del sistema debido a la presencia de varias señales de transición.

Sin embargo, es posible determinar que existe una gran influencia de la composición del producto, especialmente del contenido de azúcar, en la Tg del sistema obtenida por DSC.

Las muestras con bajo contenido de WPC (40%) muestran una única señal de transición bien definida entre 1,97 y 15,44 °C, correspondiente a la Tg de la sacarosa presente en el sistema, como se observa en la Figura 12.

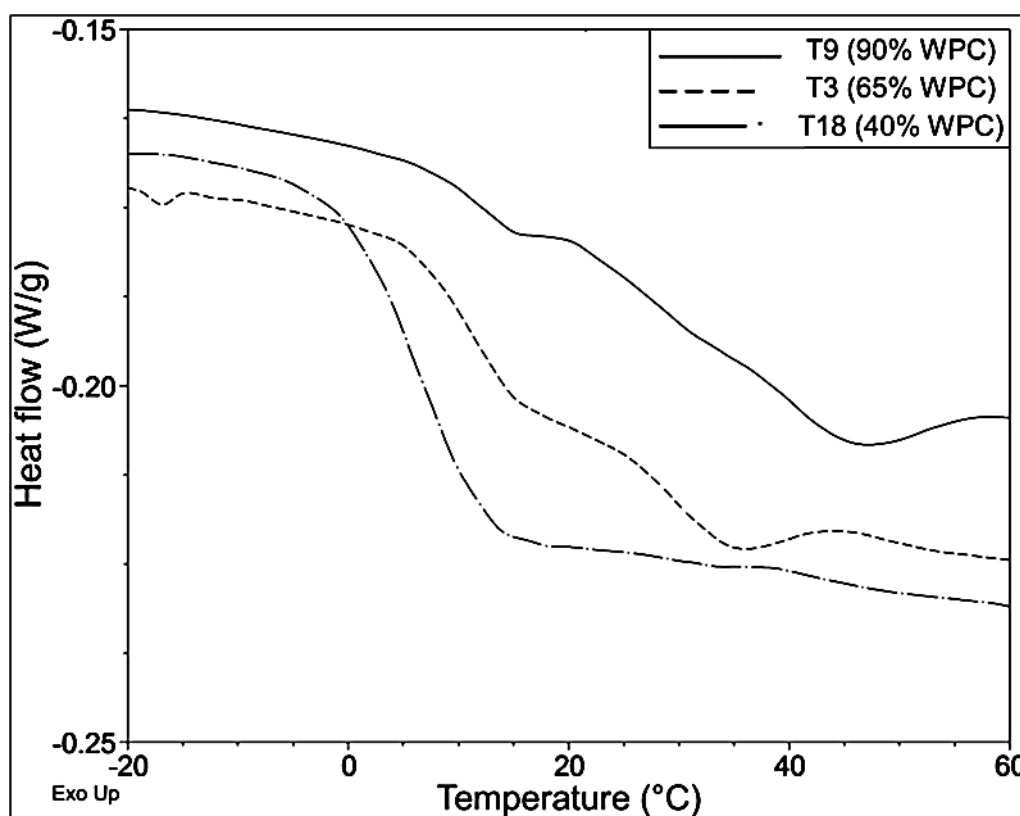


Fig. 12 Comportamiento de Tg vs a la contribución de WPC en la muestra

A medida que aumenta la cantidad de WPC, se observan señales de transición adicionales entre 22,29 y 42,01 °C, que corresponden al comportamiento térmico presentado por el WPC.

Adhikari et al. [15] estudió el efecto de la adición de proteínas en la producción de sacarosa amorfa mediante secado por aspersion y obtuvo una película proteica con una Tg mayor que la de la mezcla a granel.

Este efecto es responsable de superar la adherencia entre partículas y entre partículas. Esto se determinó porque los valores de Tg de las mezclas de sacarosa y proteína eran muy cercanos a la Tg de la sacarosa pura.

Algunos autores [44], [45] mencionaron que las mezclas de azúcar y proteína no son compatibles y, por lo tanto, la medición de la Tg refleja principalmente la Tg del azúcar en el sistema.

Si bien el método DSC no puede determinar la Tg de la superficie de la partícula, es razonable proponer que es mucho mayor que la Tg de la mezcla a granel, lo que permite mantener un estado vítreo seguro y resistir la tensión durante el proceso de secado [45].

Además, la Tg está fuertemente influenciada por la humedad del producto, como mencionan Adhikari et al. [15].

4.11. Color

Los productos en polvo de las mezclas de JCP y WPC presentaron parámetros de color en los siguientes rangos: 87,72 a 91,77 para L*, -0,49 a 0,04 para a* y 8,84 a 11,79 para b*.

Si bien todos los productos tendieron a ser blancos, L* aumentó al aumentar el WPC en la alimentación, ya que el WPC presenta un color más cercano al blanco en comparación con el JCP, que presenta un color marrón.

El parámetro a* fue muy cercano a cero en todas las muestras; por lo tanto, el color de los productos es neutro si se evalúa en el plano rojo-verde.

Los valores de b* permitieron confirmar que los productos presentaban un color con tendencia al amarillo, dadas las características de las materias primas.

El color tiende a ser más amarillo a medida que disminuye la temperatura de salida (mayor calor suministrado y posibles reacciones de pardeamiento) y aumenta la contribución del JCP en la alimentación.

4.12. Optimización

La optimización del proceso se estableció con las variables de respuesta significativamente afectadas por las condiciones del secado por aspersión.

Las condiciones óptimas se determinaron maximizando el rendimiento efectivo, la solubilidad, la densidad aparente y el tamaño de partícula, además de minimizar los sólidos adheridos a la pared del secador, el contenido de humedad y la actividad del agua.

El punto óptimo del proceso, con una deseabilidad de 0,72, se obtuvo con una temperatura del aire de entrada de 130 °C, una temperatura del aire de salida de 88 °C, una velocidad del disco atomizador de 21 000 rpm y una contribución de WPC del 78,83 %.

V. CONCLUSIONES

- ✓ La producción de un producto en polvo mediante el sistema combinado JCP + WPC presenta un gran potencial para poseer características fisicoquímicas y de calidad adecuadas. Los resultados obtenidos permitieron determinar las condiciones del proceso que afectan el rendimiento del mismo y las propiedades de calidad del producto en polvo, especialmente la temperatura del aire y el aporte de sólidos de WPC.

Esto último permitió superar muchas de las dificultades que presentan los alimentos ricos en azúcar secados por aspersion, como la adhesividad entre partículas y la baja Tg.

Por lo tanto, al desarrollar un proceso con una temperatura de entrada de 130 °C, una temperatura de salida de 88 °C, una velocidad del disco atomizador de 21 000 rpm y un aporte de WPC del 78,83 %, es posible obtener un producto con un buen rendimiento efectivo y características de calidad adecuadas. Sin embargo, se requieren más estudios para mejorar las propiedades instantáneas y asegurar la estabilidad del producto en polvo debido a la baja temperatura de transición vítrea.

- ✓ El conocimiento adquirido en esta investigación, en cuanto a métodos y protocolos mediante la caracterización fisicoquímica, reológica y térmica de la miel, los paneles en polvo y los paneles granulados, generará información para comprender los principios físicos y químicos asociados al proceso de producción tradicional. Asimismo, mejorará las condiciones actuales de procesamiento y desarrollará tecnologías para producir productos con valor añadido para nuevos mercados, como la técnica de secado por aspersion para miel funcional.

- ✓ Se establece que la calidad del panel se ve afectada por factores tecnológicos (evaporación tradicional en horno abierto y evaporación abierta con vapor), el procesamiento (panel granulado y panel en bloque) y factores agroecológicos (región) debido a las diferencias observadas en los fisicoquímicos y los parámetros propiológicos de este trabajo sobre miel.

- ✓ En cuanto al perfil de azúcar, durante la concentración, el contenido de sacarosa aumentó de 0,6% a 1,2%, lo que corresponde a una disminución del pH y un aumento de la acidez debido a su degradación térmica (hidrólisis). Por lo tanto, los niveles de glucosa disminuyeron.
- ✓ Las propiedades reológicas (viscosidad) y térmicas, como la capacidad calorífica, de la miel de caña están estandarizadas. Se encontraron diferencias significativas para todas las propiedades excepto la viscosidad, lo que condujo al desarrollo de modelos matemáticos basados en la concentración (°Brix) y la temperatura (°C), que pudieron ajustarse a datos reales, lo que significa que podrían usarse como insumos para modelos mejorados o estudios posteriores.
- ✓ El porcentaje de recuperación del producto en polvo se incrementó del 32% al 86% al encapsular la miel con proteína de soya, caseinato de calcio y suero de leche (Fig. 4-19d), como estos aditivos a baja concentración en peso < 3% (p/p penkula) tenían gran potencia magular, las partículas irregulares se convirtieron en productos amorfos típicos obtenidos por este método de secado, como lo demuestra la caracterización del producto obtenido.
- ✓ El enfoque aplicado permitió que el modelo fuera flexible para variables críticas del proceso operativo, como la temperatura, el flujo de aire y miel, las propiedades del fluido y las variables geométricas, como el tamaño, el diámetro, la longitud, etc. La mejor manera de mejorar la precisión del modelo es implementar rutinas de usuario.
- ✓ El modelo CFD utilizado generó un comportamiento térmico detallado de las partículas dentro del dispositivo combinando los resultados de los modelos 2D y 3D, según lo recomendado en la literatura. Si bien los datos CFD no varían con la temperatura en el eje central, con errores inferiores al 10%, los valores calculados en las paredes de la cámara de secado y sus áreas adyacentes son muy bajos en comparación con los datos experimentales. Por lo tanto, es necesario validar si el K-ε estándar para el modelo de flujo de aire es un fluido de tipo notom que se mezcla externamente.

- ✓ Se calcularon los perfiles térmicos radiales y axiales para evaluar el rendimiento del modelo CFD en la predicción de la temperatura del aire en las condiciones de operación, demostrando la precisión de la predicción del campo térmico según el modelo 2D-CFD. El modelo CFD utilizado ignora los cambios rápidos de temperatura a lo largo del eje vertical dentro de la cámara de secado, así como las temperaturas en las regiones cercanas a la pared de la cámara. En este estudio se encontró que, en la cámara de secado, la diferencia máxima de temperatura en dirección radial fue de 35 °C, con la temperatura en el centro a la misma altura, y en dirección longitudinal una diferencia de 50 °C, datos que se deben considerar al escalar hasta el nivel industrial.

VI. RECOMENDACIONES

- Dado que este trabajo reveló que, en el proceso de pulverización de miel, las propiedades que mayor influencia tienen en el rendimiento y el porcentaje de recuperación de sólidos son la tensión superficial y la viscosidad de la miel alimentada, se recomienda realizar un estudio sobre la técnica que evalúe su efecto en el proceso de secado y los métodos de secado para modificarlos y mejorar sus propiedades sensoriales.
- La estabilidad del producto en polvo secado por pulverización en condiciones ambientales no controladas debe estudiarse junto con el estudio de la temperatura de transición vítrea del producto y/o junto con el estudio de la cristalización de la glucosa durante el proceso de secado.
- Debido a la alta complejidad del modelo computacional para el secado por pulverización, es necesario considerar un estudio de sensibilidad de todas las variables que afectan al proceso, considerando solo las variables principales y, preferiblemente, un secador altamente funcional que proporcione varios puntos del perfil térmico y de humedad en las simulaciones de modelos axiales y radiales, y en los métodos de interpretación.
- El modelo cinético de secado de gotas de miel, obtenido como tesis de maestría, debe ajustarse a la nube de gotas e incluirse en el modelo global de CFD para ser considerado como una herramienta para el diseño a escala de este proceso.
- Además, es deseable que futuros estudios realicen análisis sensoriales paralelos al desarrollo de productos obtenidos por secado por atomización y aditivos derivados de plantas, buscando brindar un producto útil y agradable al paladar del consumidor final.

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] H. Hebbar y et al., «Properties of dried and intermediate moisture honey products: A review,» *International Journal of Food Properties*, vol. 11, nº 4, p. 804–819, 2008.
- [2] R. Tonon y et al., «Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice,» *Journal of Food Engineering*, vol. 94, nº 3-4, p. 215–221, 2009.
- [3] A. Goula y K. Adamopoulos, «A new technique for spray drying orange juice concentrate. Innovative,» *Food Science and Emerging Technologies*, nº 11, p. 342–351, 2010.
- [4] B. Pynnonen, A look at sucrose recovery via chromatographic separation. Proceedings of the Workshop on Separation Processes in the Sugar Industry, New Orleans: Sugar Processing Research Institute, 1996.
- [5] H. Bernhardt, «Centrifugal clarification of molasses,» *Proc S Afr Sug Technol Ass*, nº 72, pp. 278-284, 1998.
- [6] M. Saska y X. Lancrenon, «Applications of continuous chromatographic separation in the sugar industry. III. Desugarization of cane molasses,» *Int. Sugar Jnl.*, nº 96, pp. 403-410, 1994.
- [7] G. Osorio Cadavid, Buenas prácticas agrícolas -BPA- y buenas prácticas de manufactura -BPM- en la producción de caña y panela, Bogotá, Colombia: FAO, 2007.
- [8] E. Largo y et al., «Influence of maltodextrin and spray drying process conditions on sugarcane juice powder quality,» *Rev. Fac. Nac. Agron.*, nº 68, p. 7509–7520, 2015.
- [9] P. Panesar y et al., «Bioutilisation of whey for lactic acid production,» *Food Chem.*, p. 1–14, 2007.
- [10] R. Parra Huertas, «Lactosuero: importancia en la industria agroalimentaria,» *Rev. Fac. Nac. Agron.*, nº 62, p. 4967–4982, 2009.
- [11] S. Jovanović y et al., «Whey proteins-Properties and possibility of application,» *Mljekarstvo*, nº 55, p. 215–233, 2005.

- [12] Y. Suhag y V. Nanda, «Optimisation of process parameters to develop nutritionally rich spray-dried honey powder with vitamin C content and antioxidant properties,» *Int. J. Food Sci. Technol.*, nº 50, p. 1771–1777, 2015.
- [13] M. Jayasundera y et al., «Surface modification of spray dried food and emulsion powders with surface-active proteins: A review,» *J. Food Eng.*, nº 93, p. 266–277, 2009.
- [14] B. Bhandari y et al., «Problems associated with spray drying of sugar-rich foods,» *Dry. Technol.*, nº 15, p. 671–684, 1997.
- [15] B. Adhikari y et al., «Effect of addition of proteins on the production of amorphous sucrose powder through spray drying,» *J. Food Eng.*, nº 94, p. 144–153, 2009.
- [16] R. Tonon y et al., «Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying,» *J. Food Eng.*, nº 88, p. 411–418, 2008.
- [17] M. Cano-Chauca y et al., «Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization,» *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, nº 6, p. 420–428, 2005.
- [18] B. Freudig y et al., «Dispersion of powders in liquids in a stirred vessel,» *Chem. Eng. Process. Process Intensif.*, nº 38, p. 525–532, 1999.
- [19] A. Ceballos y et al., «Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp,» *J. Food Eng.*, nº 111, p. 360–365, 2012.
- [20] O. Caparino y et al., «Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine “Carabao” var.) powder,» *J. Food Eng.*, nº 111, p. 135–148, 2012.
- [21] M. Yolmeh y S. Jafari, «Applications of response surface methodology in the food industry processes,» *Food Bioprocess Technol.*, nº 10, p. 413–433, 2017.
- [22] S. Ghasemi y et al., «Nanoencapsulation of d-limonene within nanocarriers produced by pectin-whey protein complexes,» *Food Hydrocoll.*, nº 77, p. 152–162, 2017.

- [23] B. Bazaria y P. Kumar, «Effect of whey protein concentrate as drying aid and drying parameters on physicochemical and functional properties of spray dried beetroot juice concentrate,» *Food Biosci.*, nº 14, p. 21–27, 2016.
- [24] M. Fazaeli y et al., «Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder,» *Food Bioprod. Process*, nº 90, p. 667–675, 2012.
- [25] M. Rojas Salas y et al., «Spray drying of sisal liquids extracts (*Furcraea* spp.): Overall performance of the drying process,» *Powder Technol.*, nº 321, p. 163–172, 2017.
- [26] B. Bhandari y T. Howes, «Relating the stickiness property of foods undergoing drying and dried products to their surface energetics,» *Dry. Technol.*, p. 781–797, 2005.
- [27] P. Ezhilarasi y et al., «Microencapsulation of Garcinia fruit extract by spray drying and its effect on bread quality,» *J. Sci. Food Agric.*, nº 94, p. 1116–1123, 2014.
- [28] K. Thirugnanasambandham y V. Sivakumar, «Influence of process conditions on the physicochemical properties of pomegranate juice in spray drying process: Modelling and optimization,» *J. Saudi Soc. Agric. Sci.*, 2015.
- [29] M. Jayasundera y et al., «Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation,» *Food Chem.*, nº 128, p. 1003–1016, 2011.
- [30] C. Bernard y et al., «Enhancement of emulsifying properties of whey proteins by controlling spray-drying parameters,» *Food Hydrocoll.*, nº 25, p. 758–763, 2011.
- [31] C. Anandharamakrishnan y et al., «Loss of solubility of α -lactalbumin and β -lactoglobulin during the spray drying of whey proteins,» *LWT - Food Sci. Technol.*, nº 41, p. 270–277, 2008.
- [32] Y. Kawashima y et al., «Solubility and dissolution rate,» *Taylor & Francis Group*, p. 225–237, 2006.

- [33] K. Khuenpet y et al., «Investigation of suitable spray drying conditions for sugarcane juice powder production with an energy consumption study,» *Agric. Nat. Resour.*, nº 50, p. 139–145, 2016.
- [34] L. Ochoa y et al., «Propiedades de rehidratación y funcionales de un producto en polvo a base de jugo de granada y manzana,» *Ciencia@Uaq.*, nº 4, p. 19–25, 2011.
- [35] J. Porrás-Saavedra y et al., «Microstructural properties and distribution of components in microparticles obtained by spray-drying,» *J. Food Eng.*, nº 152, p. 105–112, 2015.
- [36] C. Gaiani y et al., «How surface composition of high milk proteins powders is influenced by spray-drying temperature,» *Colloids Surfaces B: Biointerfaces*, nº 75, p. 377–384, 2010.
- [37] S. Jafari y et al., «Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder,» *Powder Technol.*, nº 311, p. 59–65, 2017.
- [38] A. Manickavasagan y et al., «Physicochemical characteristics of date powder produced in a pilot-scale spray dryer,» *Dry. Technol.*, nº 33, p. 1114–1123, 2015.
- [39] R. V. Tonon y et al., «Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents,» *Food Res. Int.*, nº 43, p. 907–914, 2010.
- [40] M. Hammes y et al., «Study of the influence of soy lecithin addition on the wettability of buffalo milk powder obtained by spray drying,» *Powder Technol.*, nº 277, p. 237–243, 2015.
- [41] L. Daza y et al., «Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts,» *Food Bioprod. Process*, nº 97, p. 20–29, 2016.
- [42] S. Maas y et al., «The impact of spray drying outlet temperature on the particle morphology of mannitol,» *Powder Technol.*, nº 213, p. 27–35, 2011.

- [43] C. Ferrari y et al., «Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying,» *Int. J. Food Sci. Technol.*, nº 47, p. 1237–1245, 2012.
- [44] A. Shrestha y et al., «Effect of protein concentration on the surface composition, water sorption and glass transition temperature of spray-dried skim milk powders,» *Food Chem.*, nº 104, p. 1436–1444, 2007.
- [45] Z. Fang y et al., «Effects of type and concentration of proteins on the recovery of spray-dried sucrose powder,» *Dry. Technol.*, nº 31, p. 1643–1652, 2013.
- [46] A. Ram, «Production of spray-dried honey powder and its application in bread,» *Louisiana State University*, 2011.
- [47] S. Antony y et al., «Effect of dry honey on the shelf life of packaged turkey slices,» *Poultry Science*, nº 85, p. 1811–1820, 2006.
- [48] Z. Cui y et al., «Preparation of dry honey by microwave–vacuum drying,» *Journal of Food Engineering*, vol. 84, nº 4, p. 582–590, 2008.
- [49] J. Sahu, «The effect of additives on vacuum dried honey powder properties,» *International Journal of Food Engineering*, vol. 4, nº 8, p. article 9, 2008.
- [50] J. Paturau, «By-products of the cane sugar industry, an introduction to their industrial utilization. 3rd Edition, 1989, Elsevier Sugar Series, Volume 11. Elsevier,,» 1989.
- [51] V. Soffiantini y et al., «Seasonal variations in molasses composition,» *Proc S Afr Sug Technol Ass*, nº 45, pp. 99-106, 1971.
- [52] S. Walford, «Composition of Cane Juice,» *Proc S Afr Sug Technol Ass*, nº 70, pp. 265-266, 1996.
- [53] A. MacGillvray y M. Matic, «Composition of South African Final Molasses,» *Proc S Afr Sug Technol Ass*, nº 44, pp. 81-87, 1970.
- [54] J. Chen y C. Chou, *Cane Sugar Handbook*, 12th ed., New York: John Wiley and Sons, 1993, p. 1090.
- [55] K. Schoenrock y et al., «Process for the purification of impure sugar juice». USA Patente 3,982,956, 28 September 1976.

- [56] H. Paananen, Trends in the chromatographic separation of molasses. Proceedings of the Workshop on Separation Processes in the Sugar Industry, New Orleans: Sugar Processing Research Institute, 1996.
- [57] H. Schneider, «Ion exclusion in cane sugar refining,» *Proc Sugar Ind Technol.*, nº 415, pp. 110-131, 1978.
- [58] H. Hongisto, «Chromatographic separation of sugar solutions: the Finnsugar molasses desugarisation process Part II,» *Int Sug J.*, nº 79, pp. 131-134, 1977.
- [59] R. Riffer, «Process for the production of colourless sugar syrup from cane molasses». Patente 4,046,590, 8 September 1976.
- [60] J. Seifert Hazen y P. Sawyer, «Getting the most out of Thickeners and Clarifiers,» *Chemical Eng. August*, vol. 97, nº 8, p. 80, 1990.
- [61] S. Shelly, «The battle cry for coagulants and flocculants: charge!,» *Chemical Eng.*, vol. 104, nº 6, pp. 63-64,66, 1997.
- [62] R. Simpson, «The chemistry of clarification,» *Proc S Afr Sug Technol Ass*, nº 70, pp. 267-271, 1996.
- [63] D. C. Ruano Uscategui y et al., «Concentrates of sugarcane juice and whey protein: Study of a new powder product obtained by spray drying of their combinations,» *Powder Technology*, 2018.