



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**ENCAPSULACIÓN DE ANTIOXIDANTES EXTRAÍDOS DE
BETABEL (*BETA VULGARIS*) POR EL MÉTODO DE ELECTROHILADO**

TESIS PROFESIONAL

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
LICENCIATURA EN INGENIERÍA EN ALIMENTOS

Presenta:

HUGO DANIEL PORTILLO

Directora de Tesis

DRA. CLAUDIA SANTACRUZ VAZQUEZ

Codirectora de Tesis

DRA. SANTA TOXQUI LÓPEZ

Puebla, Pue. Noviembre 2020

DEDICATORIAS

Esta tesis se la dedico con todo mi amor a mis padres Margarita y Gilberto por su gran esfuerzo y sacrificio que, aunque hemos pasado momentos difíciles siempre han estado

brindándome su comprensión, cariño y amor. Gracias por darme

la posibilidad de cursar esta carrera y por confiar en mí.

A mi hermana Marisol que siempre me brindo su apoyo psicológico para seguir cumpliendo

con las metas que me propuse durante la carrera.

Y no quiero olvidar a todos mis amigos que encontré en la Facultad de Ingeniería Química,

que a pesar de todo compartimos conocimientos, alegrías, tristezas y alegrías.

RESUMEN

Un importante problema en industria alimentaria es el deterioro de lípidos ya que altera las características sensoriales de los productos, debido a que existen diversos factores que favorecen la oxidación de la grasa. En la oxidación de los ácidos grasos se producen hidroperóxidos formando compuestos volátiles como lo son las cetonas y aldehídos, estas generan alteraciones en las propiedades organolépticas en los alimentos como el olor y el sabor.

El betabel pertenece a la familia *Chenopodiaceae* y su nombre botánico es *Beta vulgaris L.*, en el cual las propiedades colorantes de las betalainas y la ausencia de su toxicidad sugieren un uso de las betalainas como aditivos específicamente antioxidantes.

En la última década se ha incrementado de manera notable el interés de las aplicaciones de la nanotecnología en diversas áreas, incluyendo la industria de los alimentos. Sin embargo, la aplicación comercial de la nanotecnología es mucho más avanzada en áreas como la biomedicina, electrónica y ciencia de materiales, mientras que, en el área de alimentos, la mayor parte de las potenciales aplicaciones se encuentran en una fase de innovación. En el proceso de electrohilado podemos encontrar variables que facilitan la formación de las microfibras dando como resultados positivos en la morfología de estas mismas.

Esta técnica, el colector tiene una función importante en el depósito de las fibras. Generalmente se utilizan láminas de aluminio como colectores, pero debido a la dificultad de despegar las fibras colectadas, se han utilizados otro tipo de colectores como “papel conductor, tela conductora, mallas de alambre, barras cuadradas o alineadas, entre otras” (Nanda y Subhas, 2010). Por lo que en esta tesis el aporte innovador fue que se encapsulo extracto de betabel utilizando como medio de soporte el celofán, polipapel y aluminio dando lugar a nuevas alternativas de colectores.



También en esta investigación, el uso de las fibras con extracto de betabel se utilizó como empaque en un dulce de cacahuete estilo “Mazapán” para reducir la rancidez de este. Para ello se utilizó el método “Índice de peróxidos” siguiendo el procedimiento de la norma “NMX NMX-F-154-1987. Alimentos. Aceites y grasa vegetales o animales. Determinación del índice de peróxido. Foods. Vegetables or animals oils and fats. Peroxides index determination”. El objetivo se cumplió ya que se redujo un 50% de miliequivalentes los primeros 30 días comparado con el empaque que trae el dulce de cacahuete.



ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	I
ÍNDICE GENERAL.....	III
ÍNDICE DE TABLAS	VI
ÍNDICE DE FIGURAS	VII
INTRODUCCIÓN	1
JUSTIFICACIÓN	3
HIPÓTESIS.....	3
OBJETIVO GENERAL	3
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO.....	5
1.1 Historia del electrospinning.....	5
1.2 Electrospinning.....	6
1.3 Caracterización fundamentales del proceso de electrospinning.....	8
1.4 Polímeros electrohilados.....	10
1.5 Alcohol polivinílico.....	11
1.6 Betabel (<i>Beta Vulgaris L</i>).....	12
1.7 Pigmentos presentes en el betabel.....	17
1.8 Compuestos fenólicos totales.....	19
1.9 Estabilidad de las betaninas.....	20
1.10 Betalaínas microencapsuladas.....	21
1.11 Antioxidantes.....	22
1.12 Propiedades antioxidantes del betabel.....	22
1.13 Efecto antioxidante.....	23



1.14 Rancidez.....	23
1.15 Lipólisis o rancidez hidrolítica.	23
1.16 Autooxidación o rancidez oxidativa.	24
1.17 Determinación de la oxidación.	24
CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA.....	27
2.1 Materiales utilizados.	27
2.2 Equipos empleados	28
2.3 Obtención del extracto de betabel y filtración.....	30
2.4 Preparación de pva al 10% y homogeneización (pva/extracto de betabel).....	30
2.5 Medición de viscosidad y conductividad eléctrica.	31
2.6 Elaboración de nano-microfibras por el método de electrohilado.	32
2.7 Validar presencia de betalaínas en fibras por FTIR.....	35
2.8 Proceso de electrohilado en diferentes soportes (celofán, polipapel y aluminio).	35
2.9 Medición de color.....	36
2.10 Evaluación de isothermas de adsorción.....	36
2.11 Determinación de estructura microscópica de las fibras.....	37
2.12 Aplicación de las fibras en productos en confitería y determinar rancidez por el método de electrohilado.....	38
CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	40
3.1 Fibras de alcohol polivinílico (PVA).....	41
3.2 Caracterización de las emulsiones.....	44
3.3 Condiciones óptimas de preparación.	46
3.4 Fibras de alcohol polivinílico (PVA) al 10% con extracto de betabel (betalaínas). ...	47
3.5 Proceso de electrohilado en diferentes soportes (celofán, polipapel y aluminio).	49
3.6 Sistemas de adsorción.....	50



3.7 Validación de la encapsulación de extracto de betabel (betalaínas) en las fibras por FTIR.	51
3.8 Color en las fibras de alcohol polivinílico y extracto de betabel.	53
3.9 Aplicación de nanofibras en productos en confitería.	55
3.10 Color en producto dulce de cacahuete estilo mazapán.	57
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	59
BIBLIOGRAFÍA	61



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Variables de control que intervienen en el proceso de electrohilado y sus efectos.	8
Tabla 2. Clasificación taxonómica del betabel.	13
Tabla 3. Diferentes tipos de Betabel y meses de cosecha.	15
Tabla 4. Composición Fitoquímica del Betabel.	17
Tabla 5. Materiales utilizados en la investigación.	27
Tabla 6. Equipos empleados en la investigación.	28
Tabla 7. Composición de las diferentes emulsiones a probar para la formación de fibras de extracto de betabel y PVA.	31
Tabla 8. Sales utilizadas para los isotermas de adsorción.	37
Tabla 9. Propiedades fisicoquímicas de PVA de diferentes concentraciones.	40
Tabla 10. Condiciones de electrohilado y microscopía de fibras de alcohol polivinílico al 8% y 10%.	42
Tabla 11. Diámetros de las fibras en diferentes concentraciones.	44
Tabla 12. Formulación de emulsiones de PVA con extracto de betabel para obtener la adecuada.	44
Tabla 13. Propiedades fisicoquímicas de la formulación PVA/Extracto de betabel.	45
Tabla 14. Propiedades fisicoquímicas de las diferentes soluciones.	46
Tabla 15. Condiciones óptimas para el proceso de electrohilado en la emulsión PVA/Extracto de betabel.	46
Tabla 16. Micrografías de las nanofibras obtenidas con la emulsión alcohol polivinílico/Extracto de betabel (80:20).	47
Tabla 17. Promedio de los diámetros entre PVA y PVA/Extracto de betabel.	48
Tabla 18. Medios de soportes utilizados en el proceso de electrohilado.	49
Tabla 19. Asignación de bandas de antocianinas y betalainas en IR.	53
Tabla 20. Valores de L*, a* y b* de las fibras de PVA comparadas con las de PVA/Extracto de betabel.	55
Tabla 21. Valores de L*, a* y b* de muestras solidas de dulce de cacahuate estilo Mazapán: a) Celofán y b) Celofán/Fibra.	57



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Montaje tradicional del equipo de electrohilado.	7
Figura 2. Diferentes montajes para el proceso de electrohilado.	8
Figura 3. Estructura química abreviada del alcohol polivinílico.	11
Figura 4. Cosecha del Betabel	16
Figura 5. Estructura molecular: a) ácido betalámico y b) Betalaina.	18
Figura 6. Estructura molecular: a) Betaxianinas y b) Betaxantinas.	19
Figura 7. Diagrama de flujo utilizado en la experimentación.	29
Figura 8. Filtrado del Extracto de betabel.	30
Figura 9. Preparación de PVA al 10%.	31
Figura 10. Viscosímetro para medir la viscosidad de PVA y PVA/betabel.	32
Figura 11. Equipo de Electrohilado.	33
Figura 12. Panel de control para voltajes.	33
Figura 13. Control para el proceso de Electrohilado.	34
Figura 14. Controladores inferiores del equipo de Electrohilado.	34
Figura 15. Equipo de FTIR.	35
Figura 16. Equipo para medir color.	36
Figura 17. Microbalanza CAHN.	36
Figura 18. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).	37
Figura 19. Titulación de las muestras de Dulce de cacahuete tipo Mazapán.	39
Figura 20. Formación de gotas y beads en fibras de PVA.	43
Figura 21. Peso de las fibras de diferentes sales medida en días.	51
Figura 22. Espectros de Infrarrojo de Fibra/Extracto de betabel.	52
Figura 23. Prueba de rancidez medida en 30, 60 y 90 días de almacenamiento.	56
Figura 24. Plano cartesiano utilizado para orientar los valores de a^* y b^*	58



INTRODUCCIÓN

La creciente demanda de nuevas nanoestructuras en diversos sectores como la biotecnología, telecomunicaciones, informática (Moghe y Gupta, 2008), áreas biomédicas, síntesis químicas, separación (Ohkawa et al., 2009), agricultura e industria de alimentos (Morgalev et al., 2010), ha impulsado el interés de científicos e ingenieros para producir nanoestructuras que optimicen los procesos e incrementen la producción (Moghe y Gupta, 2008) de bienes o servicios.

“Actualmente la técnica de electrohilado ha sido integrada químicamente con sol-gel para generar compuestos y nanofibras inorgánicas. Se pueden procesar polímeros como polivinil pirrolidona, polivinil alcohol y polióxido de etileno, a partir de soluciones que contienen un precursor sol-gel, seguido de una eliminación selectiva de la fase orgánica vía calcinación en aire” (Xie y Xia, 2008).

Esta técnica “hace uso de las fuerzas eléctricas para producir fibras de tamaño micro y nanométrico” (Anh et al., 2006), se realiza una descarga de alto voltaje sobre la solución polimérica, la cual forma un cono llamado cono de “Taylor”, del cual se desprenden las fibras” (Doshi y Reneker, 1995; Taylor, 1969). Diferentes “parámetros como el voltaje, caudal, distancia, humedad, concentración del polímero usado, entre otros influyen en el proceso” (Li y Wang, 2013), por lo que es necesario tener en cuenta cada uno de estos a fin de proporcionar el tamaño de fibra adecuado según los requerimientos.

El desperdicio y la protección de alimentos son problema tanto económicos como sociales. En el sector de alimentos, las nanofibras tienen una aplicación de alto impacto en el empaque y conservación de estos. Pueden ser utilizadas en la mejora de suplementos, envases alimenticios, aumento en la gama de texturas, colorantes y saborizantes. Por tal motivo el uso de nanopartículas en este sector cubre un gran número de aspectos, entre ellos la seguridad alimentaria.

Por ejemplo, Dumitriu *et al.* (2017) desarrollo: “La capacidad antioxidante de nanofibras de poli(α -caprolactona) con vitamina E para usarse en empaques



alimenticios y demostraron que la gran área superficial de las nanofibras, junto con la adición del agente antioxidante (Vitamina E), proporcionan al material las características adecuadas para retardar el deterioro de los alimentos por acción enzimática y oxidante

En otro aspecto la rancidez constituye un importante problema técnico en las industrias de alimentos y puede ocurrir a través de dos formas diferentes: la rancidez oxidativa, causada por la autooxidación de los triacilglicéridos con los ácidos grasos insaturados por oxígeno atmosférico; o rancidez hidrolítica, causada por la hidrólisis del enlace éster por lipasa o agente químico en presencia de humedad.

La prevención de la ocurrencia de procesos oxidativos durante el procesamiento y el almacenamiento de alimentos adquiere una importancia fundamental para mantener la seguridad y calidad de los productos alimenticios. En la industria de alimentos además del control de los procedimientos físicos (temperatura, luz y oxígeno) se pueden añadir a los alimentos agentes antioxidantes, que bloquean las reacciones de oxidación, retardando la formación de compuestos desagradables.



JUSTIFICACIÓN

El deterioro de lípidos es un problema importante en la industria alimentaria ya que altera las características sensoriales de los productos, debido a que existen diversos factores que favorecen la oxidación de la grasa, por ejemplo: la presencia de oxígeno atmosférico, grado de insaturación de los ácidos grasos, luz, temperatura, ausencia de antioxidantes y presencia de metales como Cobre (Cu), hierro (Fe), Zinc (Zn) y Níquel (Ni).

En la oxidación de los ácidos grasos ocurren dos etapas: en la primera se producen radicales libres que a su vez reaccionan con oxígeno molecular para producir los peróxidos e hidroperóxidos. Los hidroperóxidos son inestables, se descomponen por ruptura de la molécula dando origen a compuestos volátiles como aldehídos y cetonas, que son los responsables de olor y sabor desagradable una vez que la grasa se ha deteriorado por el proceso de rancidez oxidativa.

Por lo anterior, el presente proyecto es encapsular extracto de betabel (*Beta vulgaris L.*) rico en antioxidantes, mediante el método de electrohilado con el objeto de ser utilizado en los empaques destinados a productos de confitería para retrasar la rancidez y conservar sus propiedades sensoriales.

HIPÓTESIS

Es posible encapsular extracto de betabel por sus propiedades antioxidantes para ser utilizado en empaques para confitería por el método de electrohilado.

OBJETIVO GENERAL

Encapsular extractos de betabel (*Beta vulgaris L.*) utilizando el método de electrohilado para evitar la rancidez de productos en confitería y productos con bajo contenido de humedad.



OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener los extractos del betabel (*Beta vulgaris L.*)
- Formular las nanofibras mediante la técnica de electrohilado.
- Determinar el efecto de la concentración, tiempo de electrohilado y tipo de empaque en la efectividad de la nanofibra obtenida.
- Caracterizar las nanofibras obtenidas mediante, color, espectroscopia UV-visible, microscopia electrónica de barrido.
- Caracterizar las nanofibras utilizando como medios de soporte celofán, aluminio y polipapel.
- Caracterizar las propiedades antioxidantes de las nanofibras obtenidas.
- Determinar la rancidez del alimento modelo a utilizar para determinar la efectividad del empaque desarrollado.



CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO

1.1 Historia del electrospinning.

El origen del electrohilado como una técnica viable de hilado de fibras se remonta a principios de la década de 1930. En 1934, Formhals patentó su primer invento relacionado con el proceso y el aparato para producir filamentos artificiales utilizando cargas eléctricas. Aunque el método de producir hilos artificiales utilizando un campo eléctrico se había experimentado durante mucho tiempo, no había ganado importancia hasta la invención de Formhals debido a algunas dificultades técnicas en los métodos de hilado anteriores, como el secado y la recolección de fibras.

El proceso de hilado de Formhals consiste en un dispositivo de recolección de hilo móvil para recoger los hilos en una condición estirada, como la de un tambor giratorio en el hilado convencional. El proceso de Formhals fue capaz de producir hilos alineados paralelos al dispositivo receptor de tal manera que se pueda desenrollar continuamente. En su primera patente, Formhals informó sobre el hilado de fibras de acetato de celulosa usando acetona como solvente.

El primer método de hilatura adoptado por Formhals tenía algunas desventajas técnicas. Fue difícil secar completamente las fibras después del hilado debido a la corta distancia entre las zonas de hilado y recolección, lo que resultó en una estructura de red menos agregada. En una patente posterior, Formhals refinó su enfoque anterior para superar los inconvenientes antes mencionados.

En el proceso refinado, la distancia entre la boquilla de alimentación y el dispositivo de recolección de fibras se alteró para dar más tiempo de secado a las fibras electrohiladas. Posteriormente, en 1940, Formhals patentó otro método para producir bandas de fibras compuestas a partir de múltiples sustratos de polímeros y fibras mediante hilatura electrostática de fibras de polímero sobre un sustrato base móvil.



En la década de 1960, Taylor inició estudios fundamentales sobre el proceso de formación de chorros. En 1969, Taylor estudió la forma de la gota de polímero producida en la punta de la aguja cuando se aplica un campo eléctrico y demostró que es un cono y que los chorros se expulsan de los vértices del cono. Esta forma cónica del chorro fue referida más tarde por otros investigadores como el "Cono de Taylor" en la literatura posterior. Mediante un examen detallado de diferentes fluidos viscosos, Taylor determinó que se requiere un ángulo de 49.3 grados para equilibrar la tensión superficial del polímero con las fuerzas electrostáticas. La forma cónica del chorro es importante porque define el inicio de los gradientes de velocidad extensional en el proceso de formación de la fibra.

En 1987, Hayati *et al.* estudió los efectos del campo eléctrico, las condiciones experimentales y aquellos factores que alteran la estabilidad de la fibra y la atomización. Llegaron a la conclusión de que la conductividad del líquido es de gran importancia para la disrupción electrostática en las superficies líquidas. Los resultados mostraron que los fluidos altamente conductores con un voltaje aplicado creciente producían corrientes altamente inestables que giraban en diferentes direcciones. Se produjeron chorros relativamente estables con líquidos semiconductores y aislantes, como el aceite parafínico. Los resultados también mostraron que los chorros inestables producen fibras con una distribución de diámetro más amplia (Hayati *et al.*, 1987).

1.2 Electrospinning.

Esta técnica (Figura 1) se basa en la aplicación de una diferencia de potencial entre dos polos opuestos, conformados por una aguja y una placa metálica, donde se depositan las estructuras electroestiradas formando un tejido (Figura 2). La disolución del polímero previamente preparada se carga en una jeringa de inyección que, mediante un tubo de plástico inerte, se conecta a una aguja. Una bomba de infusión o perfusión unida al embolo de la jeringuilla genera una presión y produce un flujo constante de la disolución del polímero, que, a través del tubo de plástico, se transmite a la aguja cargada. Por el efecto de la polarización y las cargas

originadas por el campo eléctrico, la solución es arrojada en forma de fluidos hacia una superficie conductora conectada a una distancia entre 5 y 30 cm del cono o aguja. Las cargas en las superficies de la disolución que sale por la aguja aumentan al incrementar el campo eléctrico hasta un valor umbral en el cual se desestabiliza su forma, que pasa de parcialmente esférica a cónica y a la cual se le denomina cono de Taylor. Alcanzando un voltaje crítico, la generación del jet se produce cuando la fuerza de repulsión supera a la tensión superficial. Durante la creación del jet, el solvente gradualmente se evapora, y el producto obtenido se deposita en forma de red de fibras con un diámetro de las mismas que pueden variar entre 50 nm y 10 nm. Dependiendo de la disolución polimérica utilizada y las condiciones del proceso de electroestirado (voltaje, distancia aguja-colector) pueden obtenerse fibras, capsulas (electroatomizado) o no obtenerse ninguna estructura, sino se dan las condiciones adecuadas. Por lo tanto, en algunas condiciones y para ciertas disoluciones caen de la aguja sin ser cargadas para dar lugar a capsulas o fibras. En otros casos se produce una mezcla de electroatomizado y electroestirado (Marín Márquez y Martínez Tapias, 2009).

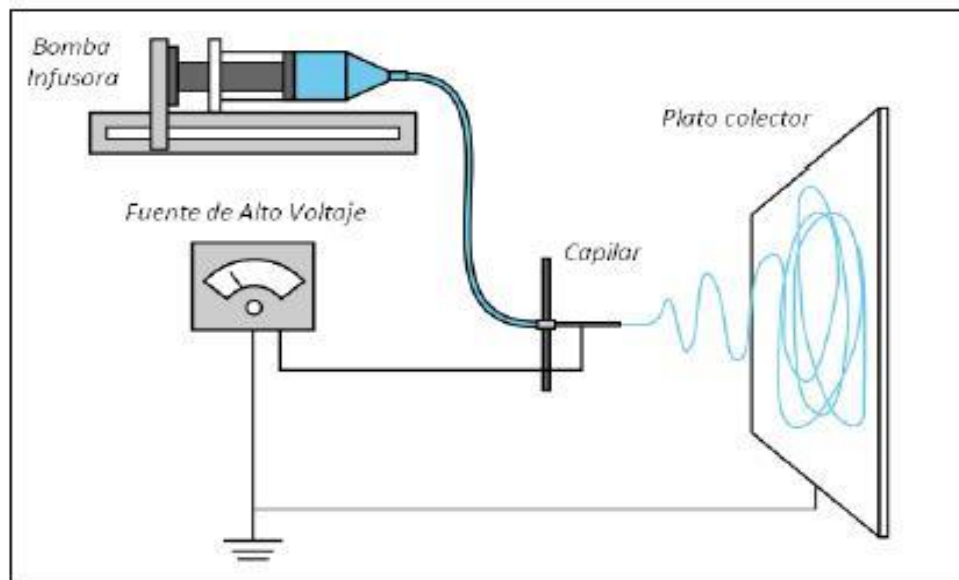


Figura 1. Montaje tradicional del equipo de electrohilado.

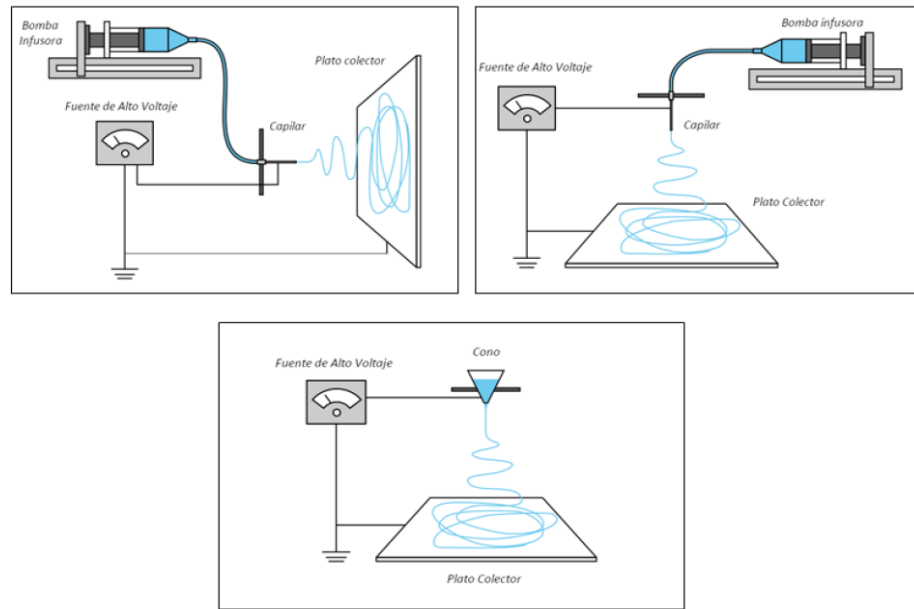


Figura 2. Diferentes montajes para el proceso de electrohilado.

Fuente: (Duque *et al.*, 2013).

1.3 Caracterización fundamentales del proceso de electrospinning.

Existen diversas variables que favorecen el proceso de electrohilado, así evitando problemas en las morfologías de las fibras. La Tabla 1 resume las variables externas e internas y su efecto en la morfología de las fibras electrohiladas.

Tabla 1. Variables de control que intervienen en el proceso de electrohilado y sus efectos.

Aspectos	Variable de control	Efecto	Variable de respuesta
Solución	Concentración	“El aumento en la concentración eleva la viscosidad de la solución y por consecuencia el diámetro de la fibra. Por el contrario, si la solución es poco concentrada, esta rompe en gotas generando una inestabilidad en el cono	Tamaño y morfología de la fibra



		de Taylor impidiendo su electrohilado” (Dukke <i>et al.</i> , (2013).	
	Tensión superficial	Es importante saber las propiedades físicas y químicas de los polímeros a utilizar al igual el tipo de solvente empleado. Si se reduce la tensión superficial hay una disminución en los problemas de formación de chorros y se podrá observar el cono de Taylor.	Uniformidad del velo
	Conductividad	Al aumentar la conductividad eléctrica reduce el grosor de las fibras.	Diámetro de la fibra
	Efecto dieléctrico del solvente	Esta constante es importante, si se tiene una constante dieléctrica elevada se reduce la generación de gotas o chorros que pueden pegarse en las fibras	Formación de la fibra
Proceso	Voltaje	Los voltajes son importantes ya que estas dependen el grosor de las fibras electrohiladas. <ul style="list-style-type: none">• Si el voltaje es alto obtendremos fibras delgadas y no genera pérdidas de solución.	Diámetro de la fibra
	Flujo de salida	El flujo en la que sale el fluido permite: <ul style="list-style-type: none">• Si es bajo se puede formar un cono de Taylor evitando defectos en la morfología de las fibras.	Uniformidad del velo



		<ul style="list-style-type: none">• Si es alto el fluido se generan problemas en morfología y en el diámetro de estas.	
	Distancia inyector vs Colector	Una solución y distancia optima entre el inyector y el colector favorece a tener una morfología positiva en las fibras.	Morfología de las fibras
Ambientales	Humedad	Cuando hay un incremento en la humedad se forman poros en las fibras electrohiladas.	Uniformidad del velo

La importancia de los polímeros es importante como lo sostiene Duque *et al.* (2013) “Para cada polímero, el conjunto de parámetros de la solución a hilar depende del tipo y peso molecular del polímero a emplear, así como de las posibles combinaciones y concentraciones polímero-disolvente. Los polímeros de la solución son sumamente importantes para lograr un ajuste más preciso del producto final”.

1.4 Polímeros electrohilados.

En los últimos años, alrededor de casi cien polímeros diferentes, han sido exitosamente hilados en forma de nanofibras usando la técnica de electrohilado. Sin embargo, aunque el proceso de electrohilado ha mostrado potencial prometedor, su compresión es todavía limitada. La mayoría de los polímeros utilizados en la metodología de obtención de nanofibras se disuelven en uno o varios solventes antes realizar el electrohilado, ya que las condiciones de procesamiento implicadas son simples y directas. Cuando se tiene un polímero en estado sólido y este se disuelve en un solvente apropiado, se convierte en una forma fluida llamada “solución polimérica”. Tanto la solución polimérica como el electrohilado se elaboran esencialmente a temperatura ambiente. Sin embargo, algunos polímeros pueden emitir olores desagradables o incluso dañinos, por lo que cuando se emplean solventes tóxicos, los procesos deben llevarse a cabo dentro de cámaras aisladoras para el proceso de electrohilado (Huang, 2003).

Se han empleado diversos polímeros para sintetizar nanofibras conteniendo antibióticos dentro de los que destacan polímeros biodegradables como “el ácido poliláctico (PLA), la policaprolactona (PLC), el ácido poli (láctico-co-glicólico) (PLGA), el alcohol polivinílico (PVA) y el óxido de polietileno (PEO), en estos se han colocado antibióticos como la gentamicina” (Sirc, 2012), “cefazolina” (Katti, 2004), “la vancomicina” (Chen, 2012).

1.5 Alcohol polivinílico.

Según Hernández (2007) menciona al PVA como: “El alcohol polivinílico (PVA en sus siglas en inglés) se presenta en forma de gránulos o polvo blanco, comercialmente se encuentra disponible en diferentes grados de hidrólisis que difieren en su peso molecular. El PVA forma un coloide reversible en agua caliente y es insoluble en agua fría”.

Debido a la estructura química $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{OH}$ del alcohol polivinílico, esta molécula presenta fuertes interacciones intermoleculares por puente de hidrogeno entre los grupos $-\text{OH}$ (Figura 3). “El PVA actúa como un plastificante, reduce su resistencia a la tracción, pero aumenta su elongación y resistencia al desgarro” (Hernández, 2007). Una vez que el polímero se encuentra fundido es difícil su manipulación debido a la interacción de dichas fuerzas.

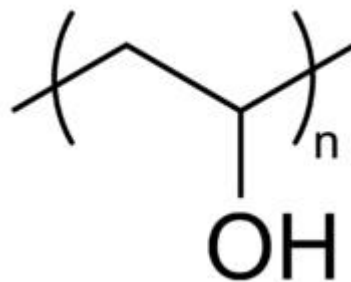


Figura 3. Estructura química abreviada del alcohol polivinílico.

Fuente: (Álvarez, 2006)



Posteriormente “la biodegradabilidad del PVA, es uno de los pocos polímeros sintéticos realmente degradables, obteniéndose como productos de degradación de agua y dióxido de carbono” (El-Mohdy, 2009). Al menos 55 especies o variedades de microorganismos muestran procesos de degradación de este polímero en diferentes entornos como son los fangos activados, digestores anaerobios, sistemas sépticos, compostaje, sistemas acuáticos y lagunaje.

“El tiempo de degradación del PVA por la acción de los microorganismos para degradar este tipo de polímeros. El PVA es rápidamente biodegradable mediante el proceso de fangos activados, si la biomasa está acostumbrada a la aportación regular de este polímero” (Matsumura *et al.*, 1993).

Las nanofibras de PVA, pueden tener aplicaciones potenciales en diversas áreas debido a que el tipo de fibra que se obtiene empleando este polímero generalmente presenta fibras con diámetros comprendidos entre 5 nm y 500 nm, con morfología lineal y buena distribución de fibra. “Por ello se considera como polímero candidato para el desarrollo y obtención de nanofibras a escala nanométrica, empleando la técnica de electrohilado” (Kenawy *et al.*, 2007).

1.6 Betabel (*Beta Vulgaris L.*)

Según SIAP (2014) menciona: “El betabel, al igual que la zanahoria, está considerado como una hortaliza, aunque también puede denominarse tallo engrosamiento bulboso, con un alto valor nutritivo con cantidades considerables de vitamina B, hierro, magnesio y potasio cuyo uso se reduce principalmente a jugos y ensaladas”

El betabel (*Beta vulgaris L.*) pertenece a la familia *Chenopodiaceae*, que ahora se incluye en la familia *Amaranthaceae*, su origen se remonta al segundo milenio A.C. en algún lugar cerca del mediterráneo donde los griegos aprovechaban principalmente sus hojas como alimento, posteriormente su cultivo se extendió a Babilonia en el siglo 8 A.C. y al este de China por el 850 D.C. En la Tabla 2 se presenta la clasificación taxonómica del betabel.

Tabla 2. Clasificación taxonómica del betabel.

Reino	<i>Plantae</i>
División	<i>Magnoliophyta</i>
Clase	<i>Magnoliopsida</i>
Orden	<i>Caryophyllales</i>
Familia	<i>Amaranthaceae, Chenopodioideae</i>
Genero	<i>Beta</i>
Especie	<i>B. vulgaris</i>

“El betabel pertenece a los tubérculos más comunes que se cultivan en México y su consumo puede ser tanto en crudo como en preparaciones de ensaladas y jugos frescos, fermentados o cocidos” (Juszczak *et al.*, 2010).

Los requerimientos de suelo y fertilización en el cultivo de betabel son los siguientes:

- “El betabel es sensible a pH ácidos y se desarrolla mejor en suelos neutros y alcalinos, prefiriendo pH de 6.5-7.5, aunque algunas veces a pH mayores de 7.6 se puede presentar deficiencia de Boro, lo mismo que clorosis debido a la deficiencia de Magnesio. El betabel presenta el crecimiento óptimo a pH 6.5 aproximadamente y el pH por debajo del cual el betabel presenta un mal crecimiento es pH 5.5” (Paterson y Ede, 1970).
- Sales: el sodio es un elemento que se encuentra en todas las plantas. Sin embargo, el papel que juega en el metabolismo de la planta no está todavía claro, en el caso del betabel parece ser que este elemento aumenta la producción y el contenido de azúcar. También parece ser que reduce las pérdidas de agua y la marchitez de follaje en las épocas de sequía.
“La sal común (NaCl) usado como fertilizante desde hace tiempo, es hoy en día raramente utilizada; el uso de este fertilizante en el caso del betabel ha originado aumento de la producción” (Paterson y Ede, 1970).



“El betabel está clasificado como una hortaliza altamente tolerante a la salinidad, alcanzando valores de 6400 a 7680 ppm (10 a 12 mmho)” (Richards, 1954; Mass, 1984).

- Textura: la textura se desarrolla mejor en suelos ligeros (arenosos), pues en suelos arcillosos se deforma la parte comestible. El betabel se cultiva en diferentes clases de suelo, variando desde suelos orgánicos, arenosos y migajón arenoso, hasta suelos más pesados como el migajón arcilloso.

Sin embargo, como regla general es difícil obtener una buena germinación en los suelos pesados o en aquellos que se apelmazan o se les forma costra después de un riego por aspersión o una lluvia, el desarrollo posterior del betabel también es frecuentemente pobre en suelos que producen rendimientos muy buenos para otros cultivos.

Un suelo profundo, desmenuzable; es aún más conveniente para el betabel que para muchas otras hortalizas. Para cultivos tempranos es necesario un suelo ligero, arenoso, que se calienta temprano, en la primavera, para cultivos tardíos son buenos los suelos más pesados.

- Fertilización: la buena calidad del betabel depende de un crecimiento rápido y continuo, por el que el suelo debe ser naturalmente fértil o recibir aplicaciones de los elementos que le hacen falta. Cuando se usa estiércol, debe aplicarse al cultivo anterior, se recomiendan los cultivos de coberturas como abonos verdes.

“Durante la primera fase de crecimiento, el nivel de nitrógeno debe ser adecuado para la colocación de un abono de suplemento, se recomiendan bandas de 5 cm al lado y un poco abajo, como en otras hortalizas” (Cásseres, 1981). Tiscornía (1976) menciona que: Un excesivo abonado con estiércol fresco causa una división de las raíces que impide obtener un buen producto, sobre todo si no ha sido gastado por el cultivo de otra hortaliza antes de su plantación; por tal motivo, deberá estercolarse por lo menos tres meses antes de sembrar el betabel, además si no se toma esta precaución los productos adquieren mal gusto.

“Los abonos potásicos favorecen la formación de raíces tiernas y azucaradas, pero deben equilibrarse con abonos fosfóricos, que hacen los tejidos más sólidos y resistentes a las enfermedades, un exceso de estos últimos puede ser causa de la producción de raíces leñosas” (Mainardi, 1972).

- “Épocas de siembra y/o cosecha de diferentes variedades: el betabel es un cultivo de invierno, pero son diferentes las fechas de siembra, tomando en cuenta el lugar y la variedad” (González, 1976).

En México puede explotarse el betabel durante todo el año, aunque cabe aclarar que en los meses cálidos disminuye la calidad (coloración) de esta hortaliza. En la Tabla 3 se presenta en forma general el cultivar específico para cierta época de siembra.

Tabla 3. Diferentes tipos de Betabel y meses de cosecha.

Cultivar	Meses
Early Wonder	Agosto-Septiembre
Detroit Dark Red	Agosto-Septiembre
King Red	Agosto
Royal Red	Agosto-Noviembre
Red Pack	Abril-Noviembre

“La cosecha del betabel (Figura 4) durante los meses del año se hará la primera siembra en los primeros días de septiembre para cosechar a fines de diciembre. Luego se hacen otras siembras en octubre para cosechar en enero y febrero; otras en noviembre para cosechar en marzo y abril, estas plantas son las que se conservan durante el invierno para el consumo y también para semilla” (Guaro, 1974).



Figura 4. Cosecha del Betabel

Fuente: (SIAP, 2014)

El interés específico en el jugo de betabel ha surgido debido a que es una rica fuente de compuestos polifenólicos, predominando los que son los pigmentos llamados betalaínas, que son derivados de ácido betalámico; betacianinas y betaxantinas y un número de compuestos fenólicos. Así mismo contiene pequeñas cantidades de otros compuestos, como lo son carotenoides y ácido ascórbico que pueden aumentar aún más su capacidad antioxidante.

La Tabla 4 muestra la clasificación de las betalaínas, y compuestos fenólicos que se encuentran en mayor concentración en el jugo de betabel, siendo la Betanina la más abundante con respecto a los demás compuestos.

Tabla 4. Composición Fitoquímica del Betabel.

Clasificación	Compuestos
1. Betalaínas	
1.1 Betacianinas	Vulgaxantina I Vulgaxantina II
1.2 Betaxantinas	Betanina Isobetanina
2. Conjugados del ácido ferúlico	5,5',6,6'-tetrahidroxi-3-3'-biindolil Feruloilglucosa β -d-fructofuranosil- α -d-(6-o-(E) feruloilglucopiranosido)
3. Amidas fenólicas	N-trans-feruloiltiramina N-trans-feruloilhomovanililamina
4. Flavonoides	Betagarina Betavulgarinas Cocliofilin A Dihidroisoramnetina

1.7 Pigmentos presentes en el betabel.

Azeredo (2009) menciona: “El betabel por naturaleza presenta un color que va del rojo al púrpura intenso, coloración que se le atribuye a los pigmentos contenidos en este de forma natural en la raíz, como se muestra en la Tabla 4, dichos pigmentos (betalaínas) se encuentran distribuidos en dos grupos: a) betacianinas; que dan lugar a una pigmentación rojo-violeta y b) betaxantinas; que tienen una coloración amarilla. Ambos grupos de moléculas son ópticamente activas, las betalaínas del tipo betaxantinas presenta su máxima absorción entre 480 nm y 485 nm, mientras que las betalaínas del tipo betacianinas presentan su pico máxima absorción en un intervalo de 534 nm y 554 nm”

“Las betalaínas, son pigmentos hidrosolubles que existen como sales en las vacuolas de las células vegetales, son similares a las antocianinas en apariencia visual. Anteriormente se les llamaba antiocianinas nitrogenadas. Estos pigmentos se encuentran solo en 10 familias: *Aizoaceae*, *Holophytaceae*, *Nyctaginaceae*, *Phytolaccaceae* y *Portulacaceae*. Al igual que las antioxiáninas, se acumulan en las vacuolas celulares de las flores, frutas y hojas que las sintetizan, principalmente en la epidermis y la subepidermis” (Badui, 2006).

“Químicamente, los grupos de betalaínas se derivan a partir de la condensación de la amina con el ácido betalámico (Figura 5), dando lugar a los dos tipos de pigmentos hidrosolubles ya mencionados (Figura 6): las betacianinas (que predominan en el betabel caracterizados por pigmentos rojo-violeta) y las betaxantinas (pigmentos amarillos)” (Prudencio *et al.*, 2011).

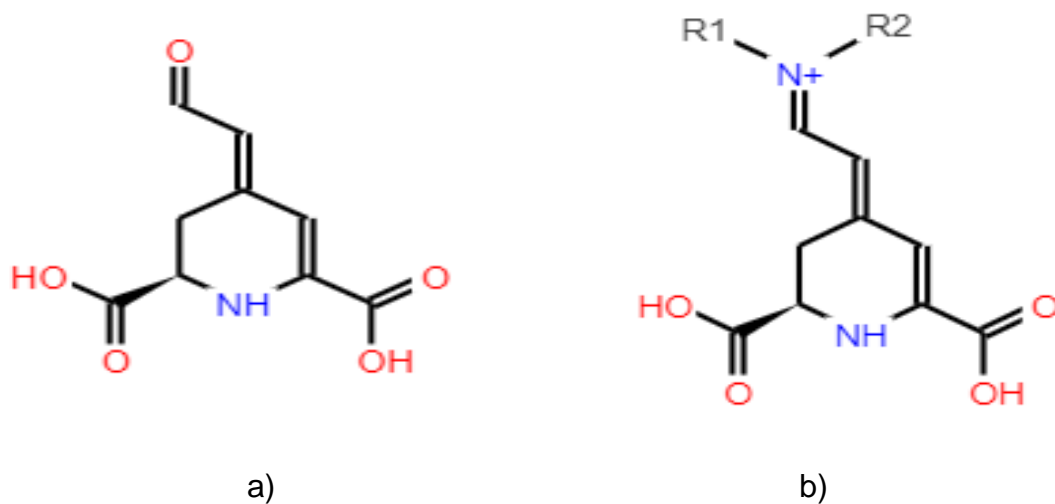


Figura 5. Estructura molecular: a) ácido betalámico y b) Betalaina.

Fuente: Propia.

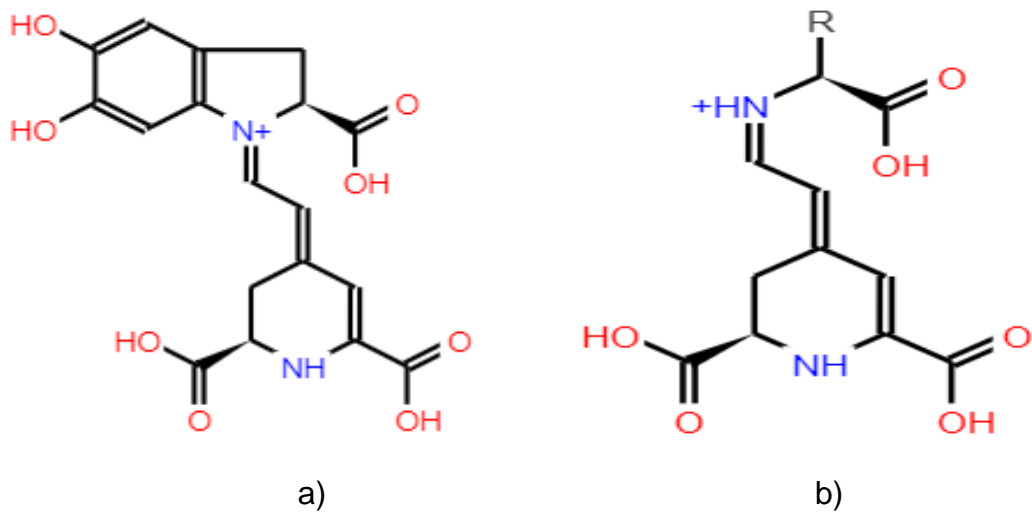


Figura 6. Estructura molecular: a) Betaxianinas y b) Betaxantinas.

Fuente: Propia.

Según Acosta (2000) menciona que: “Los pigmentos son estables en el intervalo de pH 3-7 y se ven afectados al igual que la mayoría de los pigmentos naturales por los metales, la temperatura, la presencia de aire y por las radiaciones ultravioletas.

La cantidad en promedio de las betalaínas presente en el betabel ha sido estimada entre 100mg/100g o bien 120mg/100g de sólidos totales en peso fresco. El principal componente se encuentra entre un 78% a un 90% del total de los pigmentos constituyentes de esta raíz, porcentaje correspondiente a la betacianina de tipo betanina, cuyas variaciones en el porcentaje dependerán directamente del tipo y lugar de cultivo.

1.8 Compuestos fenólicos totales.

Gimeno (2004) define a los compuestos fenólicos totales: "El termino compuestos fenólicos totales engloba a todas aquellas sustancias que poseen varias funciones fenol, unidos a estructuras o alifáticas". “Se trata de un amplio grupo de compuestos producto del metabolismo secundario de las plantas, que usan como protección o pigmentación” (Jiménez, 2007). “Estas sustancias influyen en la calidad,

aceptabilidad y estabilidad de los alimentos, ya que actúan como colorantes y antioxidantes” (Gimeno, 2004).

Los compuestos fenólicos totales pueden actuar como antioxidantes mediante dos mecanismos principales:

- a) “Como captadores de radicales libres; actúan como donantes de hidrogeno o electrones en reacciones de terminación que rompen el ciclo de generación de nuevos radicales libres, deteniendo las reacciones en cadena en las que están implicados los radicales libres, el radical fenoxilo generado es menos reactivo dado que se estabiliza por resonancia con los electrones “p” del anillo aromático” (Leyva, 2009).
- b) Como quelantes de metales: requiere la presencia de grupos hidroxilos cercanos en el anillo aromático, de este modo. Los o-dihidroxifenoles son secuestradores efectivos de iones metálicos e inhiben la generación de radicales libres al formar complejos con metales di o trivalentes, especialmente con el hierro y el aluminio (Gimeno, 2004).

Existen otros factores como lo menciona Leyva (2009) “Existen factores que afectan la actividad antioxidante de los compuestos fenólicos totales, como el número y posición de grupos hidroxilo, la presencia de azucares unidos a ellos y el grado de polimerización”

1.9 Estabilidad de las betaninas.

El color es uno de los factores más importantes que indican la calidad de los alimentos, debido a que este influye en la aceptación y preferencia del consumidor. Sin embargo, existen factores que afectan la pigmentación ya que las frutas y hortalizas se encuentran susceptibles a daños mecánicos, así como a la degradación de pigmentos por diversos factores ambientales después de su recolección y almacenamiento. “La estabilidad de las betalainas está fuertemente influenciada por las enzimas presentes en su estructura y composición, pH,



actividad de agua (a_w), oxígeno, luz, metales, temperatura, ácido ascórbico y azúcares” (Kujala *et al.*, 2000).

- a) Presencia de enzimas:** el betabel posee enzimas endógenas como la β -glucosidasa, polifenoloxidasas y peroxidasas, que, de no ser inactivadas, principalmente por escaldado, pueden degradar a las betalainas, y a su vez el color (Stinzing y Carle, 2004), “ya que se genera el pardeamiento enzimático” (Latorre *et al.*, 2010).
- b) Actividad de agua (a_w):** Azeredo (2009). Menciona que: “La estabilidad de las betalainas puede ser afectada por la actividad de agua, ya que es un factor determinante en la susceptibilidad del pigmento a degradarse. Por lo que se atribuye una movilidad reducida de los reactivos o la limitada solubilidad de oxígeno”.
- c) Temperatura:** la temperatura es un factor muy importante que influye en la estabilidad de las betalainas debido a que como lo menciona Ravichandran *et al.*, (2011) “la degradación de las 24 betalainas posee una relación directamente proporcional con respecto al aumento de la temperatura”.

1.10 Betalainas microencapsuladas.

En el área de los alimentos, la microencapsulación depende del tipo de productos y del principio activo que va a ser microencapsulado, entre los principales propósitos se destaca el implementar en una matriz sustancias bioactivas presentes en los alimentos para impedir que estos se degraden o pierdan, así como también protegerlas de la reacción que puedan tener con otros compuestos (Parzanese, 2011).

El contenido de betalainas presentes en la remolacha/betabel favorece la actividad antioxidante, la cual nos da una oportunidad de investigación para las betalainas y así también el uso de antioxidantes que al ser encapsulados puedan reducir la oxidación de algunos alimentos.



1.11 Antioxidantes.

“Los antioxidantes son conocidos como protectores ya que previenen la formación de radicales libres. Los antioxidantes presentes en las frutas ayudan con la prevención de enfermedades relacionadas con el estrés oxidativo” (Villanueva, 2014).

El estrés oxidativo se genera cuando la protección antioxidante del organismo es destacada por la capacidad del mismo para establecer radicales libres que originen la oxidación de macromoléculas biológicas.

Los antioxidantes pueden actuar por medio de diferentes mecanismos:

- a) Detener la reacción en cadena de oxidación en grasas
- b) Eliminar el oxígeno atrapado o disuelto en el producto, o el presente en el espacio que queda sin llenar en los envases, el denominado espacio de cabeza
- c) Elimina las trazas de ciertos metales, como el cobre o el hierro, que facilitan la oxidación

“Los antioxidantes frenan la reacción de oxidación, pero a costa de destruirse ellos mismos. El resultado es que la utilización de antioxidantes retrasa la alteración oxidativa del alimento, pero no la evita de una forma definitiva” (Villanueva, 2014).

1.12 Propiedades antioxidantes del betabel.

“El jugo de betabel contiene un alto nivel accesible de antioxidante. Sin embargo, su contenido no es tan popular como el de otros vegetales como el jitomate, la zanahoria, la manzana o el mango, tal vez por los problemas de percepción de sabor y textura, además de que genera coloración en la orina” (Ravichandran *et al.*, 2011; Wootton-Beard *et al.*, 2011).

El betabel posee pigmentos que pertenecen al grupo de los antioxidantes. Las principales fuentes vegetales de betalaínas son las raíces de *Beta vulgaris L*, el tallo de *Armaranthus* y los frutos de las especies del género *Opuntia* (Moreno *et al.*, 2007; Czapski *et al.*, 2009).

Los pigmentos más abundantes en el betabel son las betalaínas, que son químicamente definidas como derivados del ácido betalámico. “La capacidad antioxidante del jugo de betabel está fuertemente relacionada con la cantidad de pigmentos rojos y amarillos, que conforman a las betalaínas” (Czapski *et al.*, 2009), así como del alto contenido de compuestos fenólicos totales (Czapski *et al.*, 2009; Wootton-Beard *et al.*, 2011).

1.13 Efecto antioxidante.

La inestabilidad de betalaínas al oxígeno es una de las limitantes de su uso como colorante alimenticio. La adición de antioxidantes debe por lo tanto resultar en mejoramiento de la estabilidad. La adición de ácido ascórbico a jugo de betabel concentrado o polvo de extracto de betabel resulta en mejoramiento de la estabilidad del color, el ácido ascórbico protege el color rojo aun cuando es expuesto a tratamientos drásticos como esterilización.

1.14 Rancidez.

Badui (2006) en su libro menciona que: “Los aceites sufren transformaciones químicas, conocidas comúnmente como rancidez, que además de reducir su valor nutritivo, producen compuestos volátiles que imparten olores y sabores desagradables; estas transformaciones se han dividido en dos grupos: la lipólisis o rancidez hidrolítica y la autooxidación o rancidez oxidativa”.

1.15 Lipólisis o rancidez hidrolítica.

“Esta reacción es catalizada por lipasas y, en ciertas condiciones, por las altas temperaturas en presencia de agua (en el freído), en la que se hidroliza el enlace éster de los triacilglicéridos y de los fosfolípidos, y se liberan ácidos grasos” (Badui, 2006).

En forma natural, en los granos crudos existen una fuerte actividad lipásica, cuya función biológica es aprovechar los lípidos para suministrar nutrimentos y fortalecer la germinación; en el primer paso de extracción del aceite de soya se trituran granos y con eso favorece la acción de las enzimas; los ácidos deben eliminarse en la



neutralización, ya que de otra manera provocan muchos problemas por ser más sensibles a la autooxidación que en forma esterificada. “La lipólisis no solo ocurre en las oleaginosas, sino también en los lácteos y en muchos otros alimentos, incluso en la carne y el pescado” (Badui, 2006).

1.16 Autooxidación o rancidez oxidativa.

Es el deterioro más común de las grasa y aceites y se refiere a la oxidación de los ácidos grasos insaturados, pero también se presenta con otros compuestos de interés biológico, como la vitamina A y los carotenoides.

Esta reacción implica el mecanismo de un radical libre en donde el oxígeno se adiciona a la cadena de un ácido graso de un triglicérido provocando la formación de peróxidos. La reacción de autooxidación puede iniciarse y ser catalizada por la presencia de calor, luz, iones de metales divalentes y enzimas como lipoxigenasa.

1.17 Determinación de la oxidación.

Los métodos para medir el grado de deterioro oxidativo de los aceites desde evaluaciones sencillas, hasta algunos análisis químicos o físicos que requieren de instrumental de laboratorio.

Los métodos más utilizados son:

- a) Evaluación sensorial:** el consumidor evalúa la calidad de los aceites y de los alimentos mediante el gusto y el olfato y con base en esto los acepta o rechaza. Este tipo de análisis se lleva a cabo en la industria de una manera más organizada y rutinaria por personal entrenado capaz de detectar pequeñas concentraciones de los aldehídos, cetonas, etc., generados en la autooxidación y característicos de la rancidez; sin embargo, los resultados son poco precisos y muy subjetivos, aun cuando dan una idea inmediata del grado de deterioro.
- b) Índice de peróxidos:** método basado en la capacidad de los peróxidos de oxidar el ion yoduro del KI y producir yodo que se valora con tiosulfato; también se puede emplear FeO y cuantificar Fe+3.



c) Método del ácido tiobarbitúrico (TBA): este método es muy empleado y se basa en la reacción de dos moléculas de TBA con una de dialdehído malónico, en la que se produce un compuesto cromógeno rojo que se mide a 530 nm. El análisis se efectúa después de eliminar los pigmentos del alimento, o en la fracción que se recolecta de una destilación. Es poco preciso en productos deshidratados y en aquellos que tienen un contenido bajo de lípidos.

El método tiene varias limitantes; no siempre se forma el di aldehído, ya que solo proviene de los ácidos poliinsaturados; el TBA produce compuestos amarillos con otros dialdehídos; la presencia de sacarosa y de ácidos interfiere; el di aldehído reacciona con proteínas y reduce su concentración para su determinación.

d) Método de la bomba de oxígeno: el aceite se somete a una determinada presión de oxígeno en un recipiente metálico o “bomba” que se sumerge en agua a ebullición; en estas condiciones, hay una caída de presión causada por el consumo de oxígeno en un determinado tiempo, el cual es el resultado de la prueba.

e) Método de la incubación en estufa: la muestra se incuba a 65 °C y se determina periódicamente su índice de peróxido o sus propiedades sensoriales; el tiempo necesario para llegar a un límite de rancidez establecido, es el resultado del análisis.

f) Otros métodos: existen otros procedimientos, como el de Kreis, el de carbonilos totales y el del índice de anisidina; el primero se basa en la reacción de los productos de la oxidación con el fluoroglucinol, el segundo con la 2,4-fenilhidrazina, y el tercero usa la p-anisidina que reacciona con los aldehídos y genera un color amarillo.

“Entre otros métodos físicos, los más importantes son los de fluorescencia, de espectroscopia infrarrojo y ultravioleta y el de cromatografía de gases para medir el hexano o el pentano. Algunos de estos métodos son muy elaborados



y costosos, por lo que se emplean poco en la industria de alimentos para el control rutinario” (Badui, 2006).



CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA

2.1 Materiales utilizados.

En la Tabla 5 se reportan los materiales que se utilizaron para el desarrollo de esta investigación de Tesis.

El betabel fue comprado en el mercado “El calvario” ubicado en el municipio de Cuautlancingo, Puebla.

Tabla 5. Materiales utilizados en la investigación.

Material	Actividad
Agua destilada	Solvente
Extracto de betabel	Encapsulado
PVA	Encapsulante
Cloruro de sodio	Isotermas de adsorción
Sulfato de potasio	Isotermas de adsorción
Carbonato de potasio	Isotermas de adsorción
Papel aluminio	Material de soporte para colector
Celofán	Material de soporte para colector

2.2 Equipos empleados

Para la realización de esta investigación se utilizaron los equipos reportados en la Tabla 6.

Tabla 6. Equipos empleados en la investigación.

Equipo	Función
Balanza analítica	Peso de reactivos
Agitador magnético con placa calefactora	Homogenización de emulsiones
Viscosímetro	Análisis de viscosidad
Electrospinning	Obtención de micro y nanofibras
Microscopio electrónico de barrido	Determinación de morfología en las nanofibras
Micro-balanza	Peso de las muestras
Espectrofotómetro	Identificación de grupos funcionales en fibras
Estufas	Isotermas de adsorción
Colorímetro	Determinación de color en las fibras

El siguiente trabajo de investigación se llevo a cabo utilizando el diagrama de flujo mostrado en la Figura 7 donde se describe los pasos utilizados en cada etapa de esta investigación.

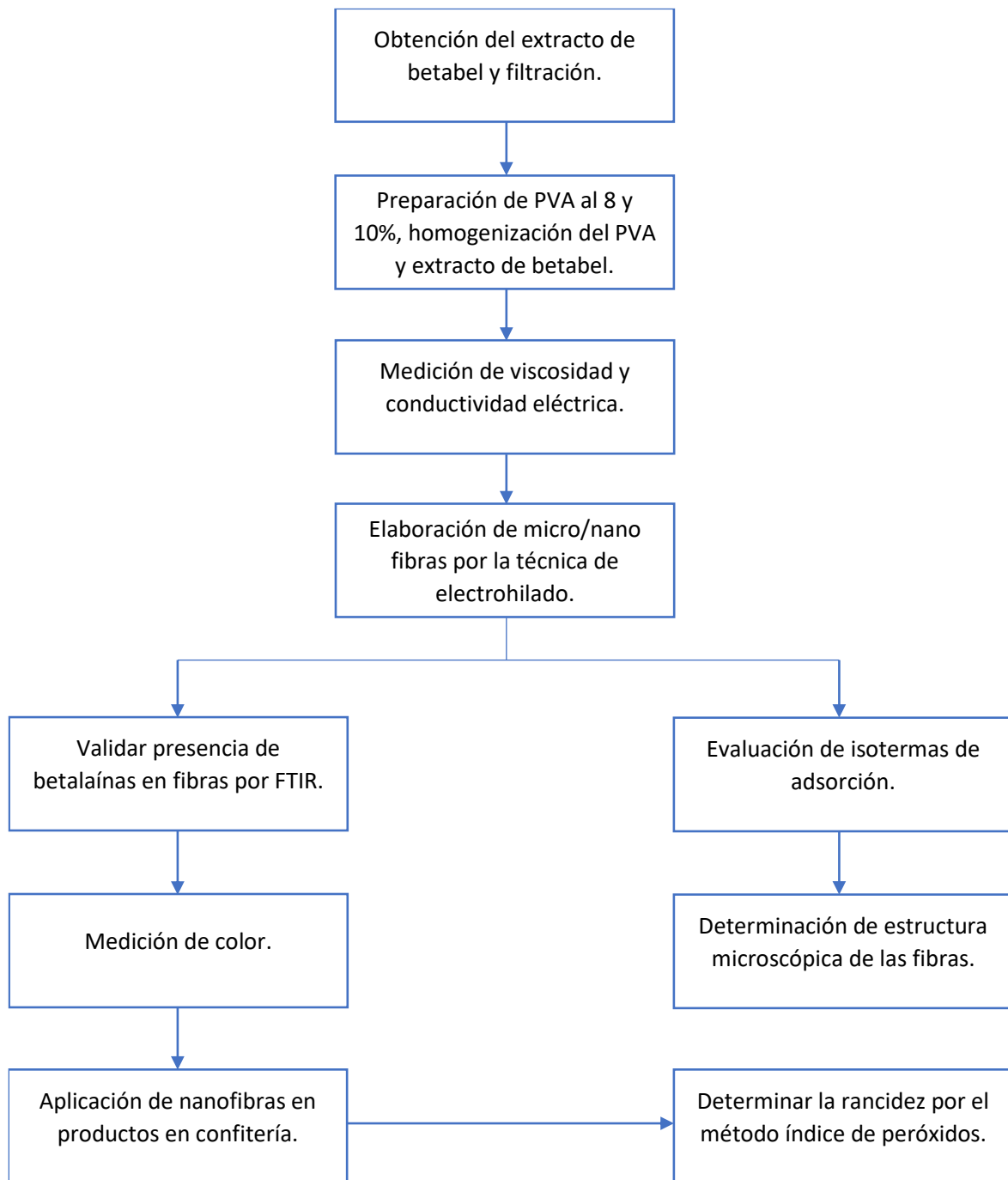


Figura 7. Diagrama de flujo utilizado en la experimentación.

Fuente: Propia

2.3 Obtención del extracto de betabel y filtración.

Para la obtención del extracto de betabel se lavó una pieza de betabel, después se pesaron 20 gramos de éste, posteriormente se extrae el jugo de betabel utilizando el extractor de la marca Moulinex que consta de dos velocidades, la cual se ocupó la velocidad 2. Además, se filtró con papel filtro Whattman No.5 con ayuda de un embudo de filtración rápida para evitar que el extracto tuviera macromoléculas que afecten durante el proceso de electrohilado (Figura 8).

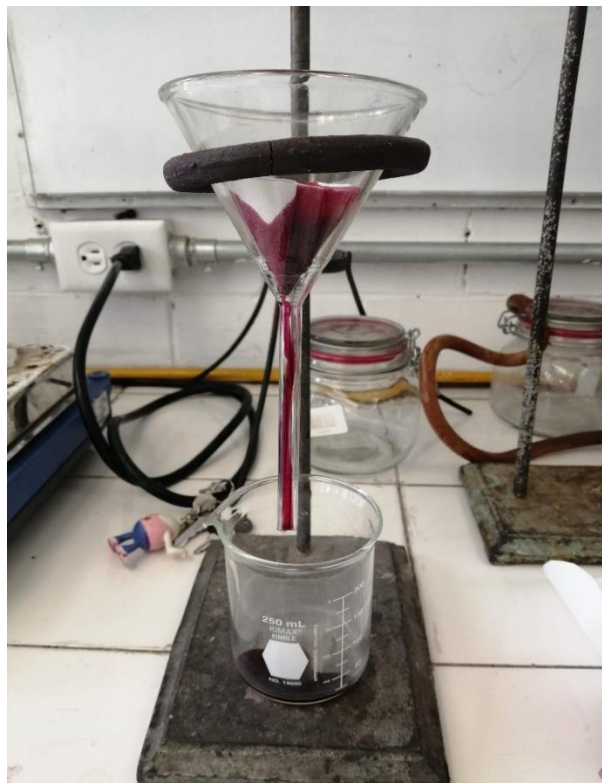


Figura 8. Filtrado del Extracto de betabel.

2.4 Preparación de pva al 10% y homogeneización (pva/extracto de betabel).

Previamente obtenido el extracto de betabel se procedió a la preparación de PVA de la marca Meyer de alta densidad, grado técnico hidrolizado al 87%.



Figura 9. Preparación de PVA al 10%.

Se pesaron 10 gramos de PVA y se midieron 90 ml de agua destilada y se homogenizó utilizando un agitador magnético con placa calefactora de la marca IKA modelo C-MAG HS7 (Figura 9) durante 8 horas. Previamente obtenido el PVA al 10 %, se homogenizó con el extracto de betabel los diferentes experimentos realizados en la investigación, se presenta en la Tabla 7.

Tabla 7. Composición de las diferentes emulsiones a probar para la formación de fibras de extracto de betabel y PVA.

Prueba	PVA% (p/p)	Extracto de betabel% (p/p)
1	90	10
2	80	20

2.5 Medición de viscosidad y conductividad eléctrica.

Se determinó la viscosidad de las emulsiones mediante el uso del equipo BROOKFIELD modelo DV-E VISCOMETER (Figura 10) utilizando la aguja S1 a 12 RPM a una velocidad de corte constante respecto al tiempo de 10 s. La importancia de la medición de la viscosidad radica en que el “diámetro de las fibras tiende a aumentar con la viscosidad de la solución” (Ramakrishna *et al.*, 2005) ya que si “la viscosidad es baja las fibras se rompen rápidamente antes de llegar al colector en

el proceso de electrospinning” (Sill, *et al.*, 2008), por el contrario, la solución presenta una viscosidad alta las fibras no se podrán formar debido a la alta viscosidad. La finalidad de la determinación de la viscosidad es asegurar que las emulsiones, se comportan como un fluido newtoniano.

La medición de la conductividad eléctrica se efectuó mediante el uso del equipo OAKTON COND 6+ utilizando como estándar una solución de Cloruro de Potasio con respuesta de 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$ marca HACH a 25 °C ya que estos parámetros son importantes para la morfología y tamaño de las fibras.



Figura 10. Viscosímetro para medir la viscosidad de PVA y PVA/betabel.

2.6 Elaboración de nano-microfibras por el método de electrohilado.

La solución se coloca en la jeringa (esta debe estar en temperatura ambiente) que se encuentra en el equipo de electrohilado. Durante el proceso de electrohilado se llevó a cabo experimentalmente los valores del voltaje entre 15 y 20 kV entre el polo positivo y el polo negativo. El valor de la velocidad del rodillo colector tuvo un rango de 100 a 120 rpm y la distancia que hay entre el rodillo colector y la aguja (inyector) fue de 12 cm.

El equipo de electrohilado (Figura 11) con el que se trabajó, permite manipular las variables más importantes en el proceso, como son el voltaje que va de 0 a 30 kV, la velocidad del rodillo colector donde se coloca el material como soporte, y por último la distancia entre la punta de la aguja y el rodillo conector, este último se maneja manualmente que va de 6, 12 y 20 cm de distancia.



Figura 11. Equipo de Electrohilado.

Algunas de las características con las que cuenta el equipo se encuentran divididas en tres partes; la primera se encuentra ubicada en la parte de arriba del equipo (Figura 12), es aquí donde se encuentran las fuentes de voltaje independiente a la carga positiva (+) y la carga negativa (-) estas tienen un rango de 0 a 30 kV.



Figura 12. Panel de control para voltajes.

La segunda parte del equipo de electrohilado (Figura 13) está estructurada por una base (lado izquierdo de la Figura 13) en la cual se encuentra el inyector, mismo que podemos manipular, este es posible moverlo hacia la izquierda y la derecha para poder manipular la distancia que hay entre la punta de la aguja y el rodillo colector.

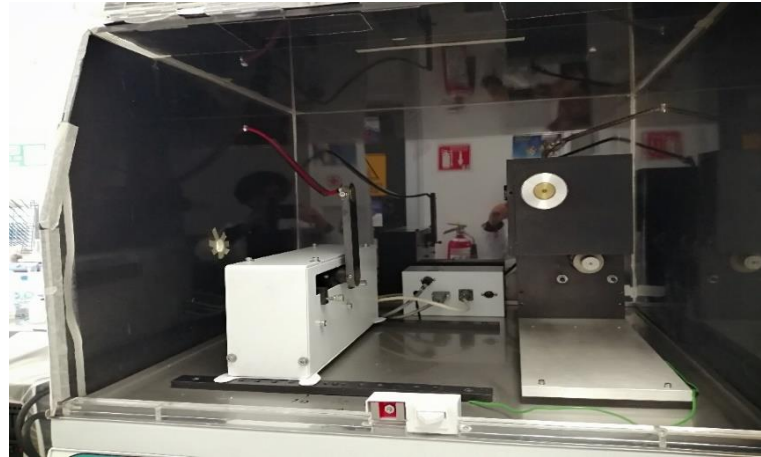


Figura 13. Control para el proceso de Electrohilado.

Por último, la tercera parte de cómo está constituido el equipo de electrohilado se encuentra por debajo de la segunda parte (Figura 14) está formada por diferentes controles con sus respectivas pantallas indicadoras donde nos indican la velocidad en la que va el rodillo colector, la temperatura en la que está operando el equipo y también tiene un botón de encendido y apagado importante ya que se maneja kV.



Figura 14. Controladores inferiores del equipo de Electrohilado.

2.7 Validar presencia de betalaínas en fibras por FTIR.

La finalidad de confirmar la presencia de extracto de betabel en las fibras electrohiladas de PVA, se utilizó la técnica de Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) (Figura 15). El análisis FTIR permite identificar los grupos funcionales químicos presentes tanto en muestras líquidas como en sólidas; dado que la energía de radiación infrarroja es absorbida por las moléculas orgánicas, para posteriormente ser transformada en energía de vibración y rotación de forma muy característica para cada compuesto orgánico. El análisis de FTIR se efectuó mediante el equipo Spectrum 100 marca PerkinElmer, bajo un rango espectral de $370\text{-}5000\text{ cm}^{-1}$ a temperatura de $24\text{ }^{\circ}\text{C}$, permitiendo la generación de 60 espectros por segundo a una resolución de 16 cm^{-1} .



Figura 15. Equipo de FTIR.

2.8 Proceso de electrohilado en diferentes soportes (celofán, polipapel y aluminio).

Con la finalidad de ver cómo se comporta el proceso de electrohilado se sometió a diferentes soportes utilizando celofán, aluminio y polipapel. Las condiciones de electrohilado (voltaje, colector, velocidad del rodillo y la distancia entre la aguja) fueron las mismas para cada soporte.

2.9 Medición de color.

La determinación de los parámetros LAB de las nanofibras obtenidas, se realizó con el colorímetro ColorFlex (Figura 16) utilizando como estándares los discos Blanco y Negro.

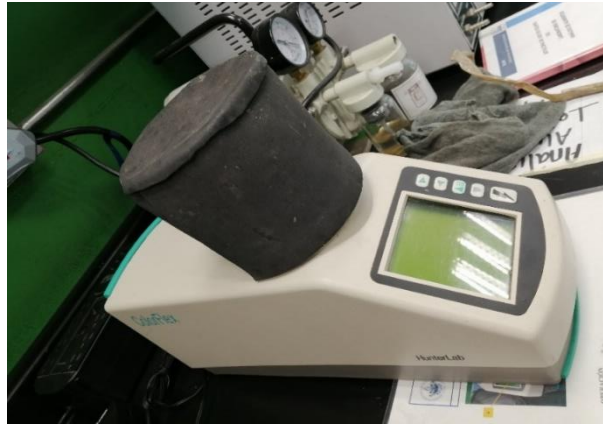


Figura 16. Equipo para medir color.

2.10 Evaluación de isothermas de adsorción.

De las placas obtenidas se cortaron rectángulos de 3x3 cm, para posteriormente ser pesadas en una microbalanza (Figura 17) con el fin de determinar su peso inicial.



Figura 17. Microbalanza CAHN.

Las fibras se colocaron en atmósferas cerradas en frascos de vidrio herméticos, para que estuvieran en contacto con diversas sales con actividad de agua conocida (Tabla 8), se mantuvieron en frascos hasta que dichas fibras alcanzaran el equilibrio y lograron un peso constante.

Tabla 8. Sales utilizadas para los isotermas de adsorción.

Prueba	Sal	Actividad de agua (a_w)
1	NaCl	0.753
2	K ₂ SO ₄	0.973
3	K ₂ CO ₃	0.432
4	NaOH	0.620

2.11 Determinación de estructura microscópica de las fibras.

Para determinar la morfología de las fibras obtenidas se usó el equipo microscopía electrónica de barrido. El equipo utilizado fue del modelo JSM-5300 (Figura 18) ubicado en el edificio CUVyT con una potencia de 20 kV, detectando electrones dispersados y ampliaciones de 1 000, 5 000 y 10 000 X.



Figura 18. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).



2.12 Aplicación de las fibras en productos en confitería y determinar rancidez por el método de electrohilado.

Después de obtener las fibras con extracto de betabel (*beta vulgaris*) mediante la técnica de electrohilado estas serán utilizadas en productos modelo (mazapán de cacahuete) con un peso aproximado de 15 g, realizando la determinación de rancidez de los productos a evaluar a 15 y 30 días de almacenamiento a temperatura de 25 °C. Para evaluar la rancidez se utilizará el método de índice de peróxidos. Para este método se agregará 5 g de muestra en un matraz aforado, después se adicionará 30 ml de ácido acético y cloroformo, se agitará hasta disolver toda la muestra. Por lo siguiente se adicionará 0.5 ml de solución saturada de Yoduro de Potasio recientemente preparada y agitar por un minuto, de inmediato se le agregará 30 ml de agua destilada y se agitará la mezcla la cual se separará en 2 fases. Se agregará 1 ml de solución indicadora de almidón al 1 %. Por último, se titulará frente a una solución de Tiosulfato de sodio al 0.01N (Figura 19) hasta notar el cambio de color azul a incoloro.

Se utilizará la siguiente formula:

$$\frac{Meq}{Kg} \text{ Peróxido} = \frac{C \times N \text{ Thiosulfato de sodio}}{\text{Peso de muestra}} * 1000$$

C: consumo del Tiosulfato de sodio en ml

N: Normalidad del Tiosulfato de sodio



Figura 19. Titulación de las muestras de Dulce de cacahuete tipo Mazapán.

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para lograr la obtención de las micro y nanofibras se procedió a preparar soluciones acuosas a diferentes concentraciones de PVA (Tabla 9), mismas que fueron sometidas a pruebas de viscosidad, pH y conductividad eléctrica.

Las concentraciones en la solución acuosa fueron de 8 y 10% p/p. Estas soluciones presentaron valores de conductividad eléctrica entre 0.443 a 0.560 mS y que de acuerdo a la literatura las soluciones con estas propiedades pueden electrohilarse. De igual manera se determinó el pH de las soluciones encontradas obteniéndose valores desde 4.95 hasta 5.61, desde el punto de vista estadístico estas diferencias pudieran no ser significativas, no obstante, el pH es un indicador de los iones libres presentes en la solución.

La viscosidad es un parámetro importante para la formación de las fibras, dado que es la resistencia para el fluido de la muestra en el inyector. Se reportan valores de viscosidad entre 0 a 1700 valores adecuados para la formación de las fibras a partir del polímero utilizado.

En la Tabla 9 se presentan los valores de la viscosidad, conductividad eléctrica y pH de las soluciones de PVA.

Tabla 9. Propiedades fisicoquímicas de PVA de diferentes concentraciones.

Solución	Viscosidad (cP)	Conductividad eléctrica (mS)	pH
PVA 8%	740	0.560	5.61
PVA 10%	1365	0.443	4.95

Las soluciones de alcohol polivinílico (PVA) al 8 y al 10%, fueron electrohiladas y se observó la formación de fibras, encontrándose que la formación de las mismas depende de la concentración de alcohol polivinílico (PVA).



Algunos de los defectos en las fibras electrohiladas asociados al funcionamiento del equipo o bien a la concentración de las soluciones utilizadas son: formación de nudos y deformación de fibras electrohiladas.

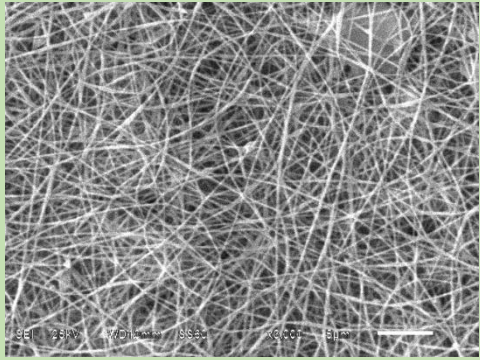
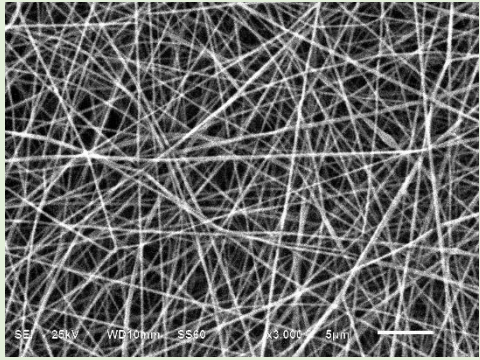
La problemática generada durante el proceso de electrohilado se puede observar en la Tabla 10 donde presentan las condiciones de electrohilado con sus respectivas características.

3.1 Fibras de alcohol polivinílico (PVA).

Las primeras muestras que se caracterizaron fueron las pertenecientes al alcohol polivinílico (PVA) 8% y 10% tratamientos (1 y 2) de la Tabla 7, con la finalidad de determinar cuál presentaba una mejor formación de la fibra para posteriormente llevar a cabo la adición del extracto de betabel (Betalaínas).

Es importante considerar que las condiciones de operación del equipo de electrohilado para la obtención de nano o microfibras se determinaron mediante prueba y error, debido a que éstas varían en función del equipo mismo, con excepción del voltaje, variable estudiada dado que existe una mayor cantidad de investigaciones que reportan el uso de voltajes de 20 a 30 kV para la obtención de fibras.

Tabla 10. Condiciones de electrohilado y microscopía de fibras de alcohol polivinílico al 8% y 10%.

Condiciones de electrohilado	Imagen SEM	Observaciones
<p>15 Kv polo (+) 5 Kv polo (-) 15 cm de distancia del sistema de inyección al plato colector y velocidad del rodillo. 109±2 rpm de velocidad rotativa del rodillo</p>	<p>a) Concentración 8%</p> 	<p>Las fibras son de morfología no lineal. Se observan curvaturas en las líneas y se presentaron formación de gotas (beads) las cuales nos indican que las condiciones empleadas no son las adecuadas para dicha composición.</p>
<p>15 kV polo (+) 15 kV polo (-) 15 cm de distancia del sistema de inyección al plato colector y velocidad del rodillo. 109±2 rpm de velocidad rotativa del rodillo</p>	<p>b) concentración 10%</p> 	<p>Las condiciones de electrohilado y la composición de la emulsión es la adecuada para la obtención de fibras regulares, presentando una morfología lineal homogénea.</p>

En la Tabla 10 se muestran la morfología presentadas con diferentes porcentajes de alcohol polivinílico (PVA) al 8 y 10%, donde se puede observar que la micrografía

B (PVA al 10%) presenta una morfología homogénea, es decir sin la presencia de abultamientos y sin gotas (beads) comparado con las microfibras obtenidas con cargas 15 kV en el polo positivo y negativo a 15 cm de distancia del sistema de inyección al plato colector y velocidad del rodillo de 109 ± 2 rpm en comparación con la micrografía A (PVA 8%).

Las fibras con concentración al 8% presentaron defectos en sus morfologías, se crearon gotas (beads) sobre las fibras (Figura 20) afectando el diámetro de estas, así como también la baja concentración en la solución de PVA (8%) generando una baja concentración en la viscosidad del material.

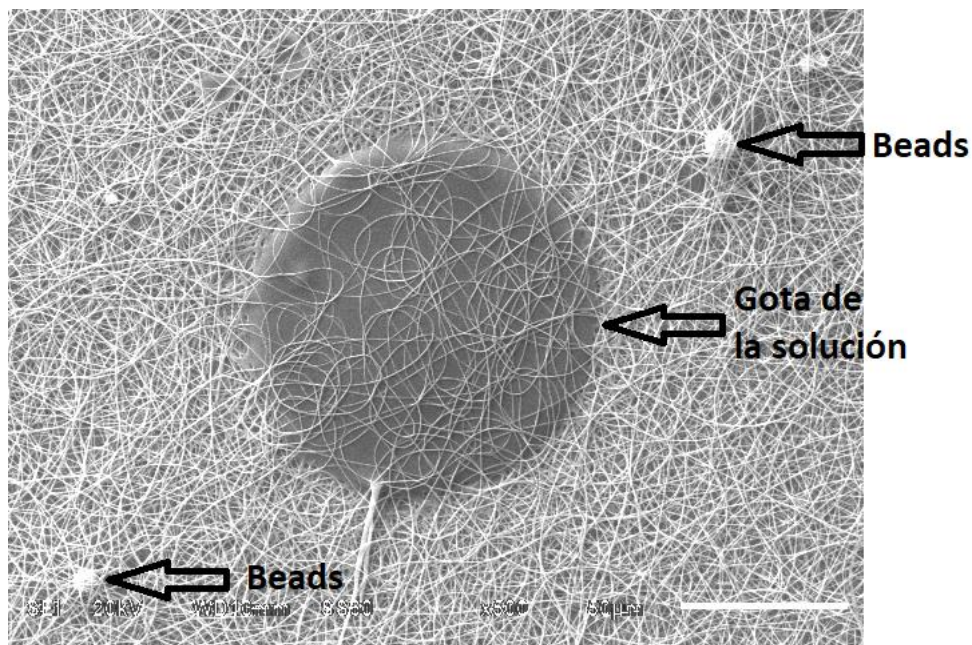


Figura 20. Formación de gotas y beads en fibras de PVA.

A partir de la microscopía obtenida por MEB se midió el diámetro promedio de las microfibras obtenidas de alcohol polivinílico y habiéndose realizaron diez mediciones al azar sobre la imagen obtenida, deduciendo que las fibras de alcohol polivinílico (PVA) al 8% presentaron diámetro de $0.1808 \mu\text{m}$, las de alcohol polivinílico (PVA) al 10% tienen un diámetro $0.2692 \mu\text{m}$, las mediciones de las microfibras se utilizó el software ImajeJ donde se pudo medir el diámetro en μm de

las microfibras (Tabla 11). En la Tabla 11 se puede observar el incremento en el diámetro de las microfibras de acuerdo a las diferentes concentraciones de PVA en la solución.

Tabla 11. Diámetros de las fibras en diferentes concentraciones.

Prueba	Alcohol polivinílico	Media promedio (μm)
1	8	0.2692
2	10	0.3230

Considerando una morfología de la fibra homogénea y una distribución plana de la misma se seleccionó el uso de la concentración de PVA (10%) para llevar a cabo la encapsulación del extracto de betabel (*Beta vulgaris L.*), dada la factibilidad para la formación de las nano/microfibras homogéneas y bien definidas.

3.2 Caracterización de las emulsiones.

Con la finalidad de identificar la formulación óptima a emplear para llevar a cabo la encapsulación del extracto de betabel (*Beta vulgaris L.*) en las fibras de alcohol polivinílico (PVA), se formularon diferentes concentraciones de acuerdo con lo que se presenta en la Tabla 12.

Tabla 12. Formulación de emulsiones de PVA con extracto de betabel para obtener la adecuada.

Formulación	Alcohol polivinílico 10% (p/p)	Jugo de betabel (<i>Beta vulgaris L.</i>) (p/p)
A	90	10
B	80	20
C	70	30

Las emulsiones fueron estables es decir no presentan ruptura además de presentar homogeneidad en la superficie, sin que existiera una separación de fases o inestabilidad en ellas. Las condiciones de operación del equipo de electrohilado (voltaje, distancia, inyector-sistema colector, velocidad del rodillo) para la obtención de nano o microfibras con el extracto de betabel (betalaínas) se determinaron mediante prueba y error.

La formulación A generó taponamiento en la aguja por lo que el proceso de electrohilado no era continuo atribuible a la viscosidad de la solución. En la formulación C se generaron gotas constantes durante el proceso de electrohilado sin obtener un cono de Taylor uniforme (defecto por lloriqueo) por lo que el factor en estas formulaciones fue defecto atribuible a la viscosidad de la emulsión. Por lo que la formulación B fue la adecuada para el proceso de electrohilado.

Una vez que se determinó la concentración de emulsión se procedió a la medición de las propiedades fisicoquímicas (Tabla 13).

Tabla 13. Propiedades fisicoquímicas de la formulación PVA/Extracto de betabel

Formulación	Viscosidad (cP)	Conductividad eléctrica (mS)	pH
PVA/Extracto de betabel	475	0.204	5.50

A partir de los resultados de la Tabla 13 se puede observar el pH es una variable importante durante el proceso de para la formación de nanofibras. Siendo ésta una medida de la concentración de iones dispersos presentes en la estructura química de los componentes de la emulsión.

Un análisis comparativo de las propiedades fisicoquímicas de PVA al 10% y PVA con extracto de betabel puro se presentan en la Tabla 13 y Tabla 14 donde es posible observar que los valores de conductividad son del orden de 0.204 a 0.443

mS, observando que dichos valores se encontraron con función de la concentración del alcohol polivinílico y extracto de betabel.

Tabla 14. Propiedades fisicoquímicas de las diferentes soluciones.

Solución	Viscosidad (cP)	Conductividad eléctrica (mS)	pH
PVA (10%)	1365	0.443	4.95
PVA/Extracto de betabel	475	0.304	5.50
Extracto de betabel	_____	0.0591	6.56

De igual manera se determinó el pH, viscosidad y conductividad eléctrica de la emulsión y se puede observar que hubo un incremento de pH al incorporarse el extracto de betabel (betalaínas), mientras que, por el contrario, la viscosidad y la conductividad presentan una reducción en los valores de viscosidad, conductividad y pH como se muestra en la Tabla 14. La conductividad del extracto del betabel sin la adición de PVA presenta una baja conductividad eléctrica ausencia de moléculas con momento dipolar.

3.3 Condiciones óptimas de preparación.

Para la elaboración de las microfibras (emulsión de PVA/extracto de betabel (p/p) (80:20)), el equipo de electrohilado se operó bajo las siguientes condiciones (Tabla 15).

Tabla 15. Condiciones óptimas para el proceso de electrohilado en la emulsión PVA/Extracto de betabel.

Parámetro	Valor óptimo
Voltaje: Polo (+)	15 kV

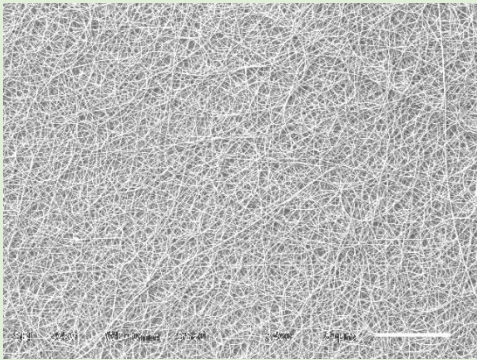
Polo (-)	5 kV
Velocidad de inyección	0.1 ml/h
Distancia aguja-colector	15 cm
Velocidad rotativa del rodillo	109

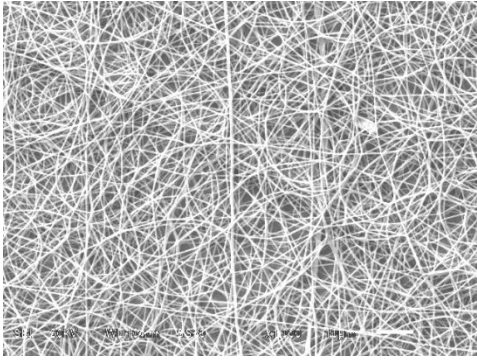
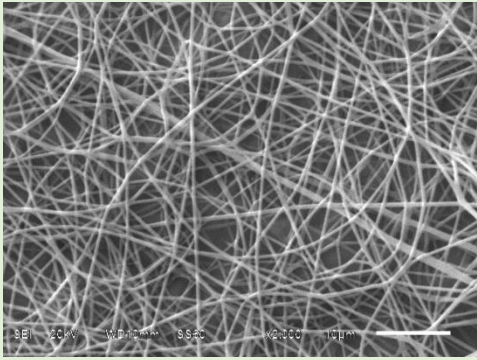
Es importante mencionar que las condiciones de operación en el equipo fueron identificadas experimentalmente lo que permitió la obtención de fibras con menores defectos.

3.4 Fibras de alcohol polivinílico (PVA) al 10% con extracto de betabel (betalaínas).

Para determinar la morfología de las microfibras, se hizo un análisis por medio de microscopia electrónica de barrido (MEB). Las micrografías de las fibras obtenidas se presentan en la Tabla 16 con diferentes ampliaciones (400X, 1000X y 2000X), en ellas se observa que las fibras que encapsularon las betalainas presentó ligeros abultamientos.

Tabla 16. Micrografías de las nanofibras obtenidas con la emulsión alcohol polivinílico/Extracto de betabel (80:20).

Condiciones de electrohilado	Imagen SEM
Voltaje: Polo (+) 15 kV	a) X400 

Polo (-) 5 Kv Velocidad de inyección: 0.1 ml/h Distancia aguja y colector: 15 cm Velocidad rotativa del rodillo: 109±2 rpm.	b) X1000 
	c) X2000 

Para poder saber con exactitud el tamaño de las microfibras que corresponden al alcohol polivinílico con extracto de betabel (betalaínas) (Tabla 17) se realizaron diez mediciones del diámetro a partir de la micrografía obtenida con ayuda del software ImageJ las cuales se reportan en la Tabla 17.

Tabla 17. Promedio de los diámetros entre PVA y PVA/Extracto de betabel.

Fibra	Medida promedio (µm)
PVA 10%	0.323
PVA 10% con extracto de betabel	0.545


El diámetro promedio de las fibras muestra que hubo un incremento comparado con el PVA al 10%. Además, ambas pruebas fueron sometidas a las mismas


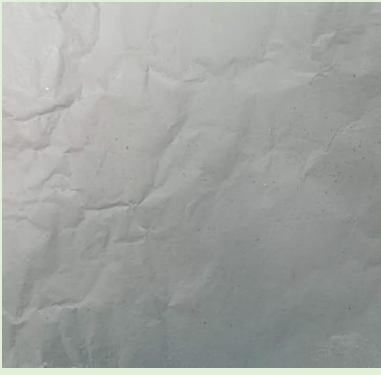
condiciones de electrohilado por lo que se observa en la Tabla 17 que hubo un incremento en su diámetro en la fibra PVA 10%/Extracto de betabel (betalaínas) con respecto al PVA 10%.

3.5 Proceso de electrohilado en diferentes soportes (celofán, polipapel y aluminio).

Un aporte para este campo de las nano/microfibras es el comportamiento de los materiales que se utilizaron en el proceso de electrohilado durante la experimentación dando resultados positivos, imágenes que se pueden observar en la Tabla 18 además, no hubo ningún defecto por parte de las fibras sin causar problemas durante el proceso de electrohilado. Concluyendo que las fibras obtenidas pueden ser electrohiladas en cualquier material como los antes mencionados. Por lo que en la presente investigación se utilizó el celofán para realizar el empaque a ser utilizado en productos en confitería.

Tabla 18. Medios de soportes utilizados en el proceso de electrohilado.

Condiciones de electrohilado	Imagen
<p>Voltaje: Polo (+) 15 kV Polo (-) 5 Kv</p> <p>Velocidad de inyección: 0.1 ml/h</p>	<p>a) Celofán</p> 
	<p>b) Aluminizado</p>

<p>Distancia aguja y colector: 15 cm</p> <p>Velocidad rotativa del rodillo: 109 ± 2 rpm.</p>	
	<p>c) Aluminio</p> 

3.6 Sistemas de adsorción.

Una manera de determinar el efecto de la humedad relativa del medio ambiente es realizar la cinética de adsorción mediante el método isopiético al utilizar sales con diferente a_w y determinar la ganancia o pérdida de peso de las microfibras obtenidas según sea el caso. En nuestra experimentación se observó una ganancia de peso (mg) que se presenta en la Figura 21 en función del tiempo de almacenamiento, de la fibra electrohilada soportada en aluminio.

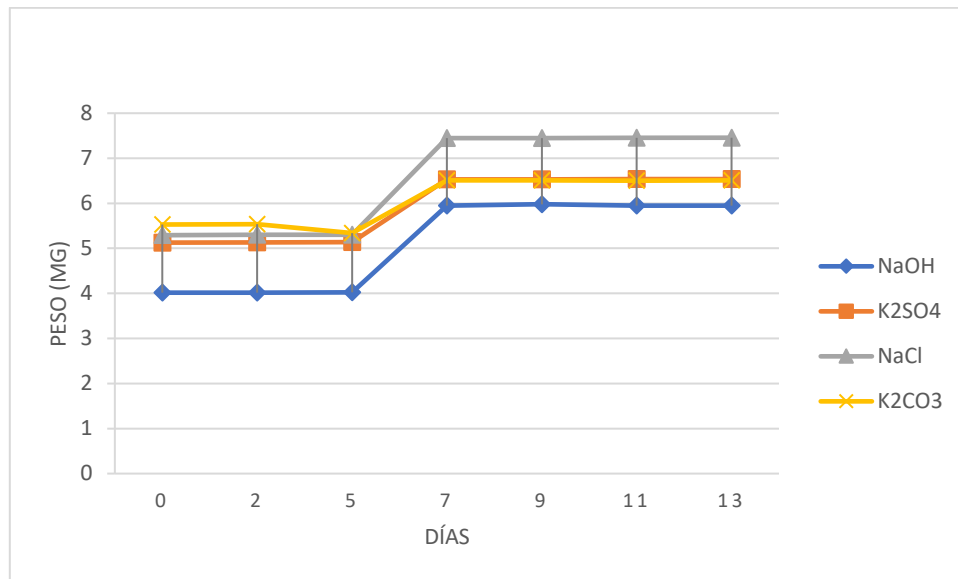


Figura 21. Peso de las fibras de diferentes sales medida en días.

3.7 Validación de la encapsulación de extracto de betabel (betalaínas) en las fibras por FTIR.

Para poder determinar la presencia de betalaínas en extracto de betabel en las microfibras electrohiladas, se utilizó la técnica de Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier, esta técnica nos permitió la identificación de grupos funcionales encontrados en las microfibras electrohiladas para su respectivo analisis. En la Figura 22 se presenta el espectro FTIR de las nanofibras de alcohol polivinílico con extracto de betabel encapsulado.

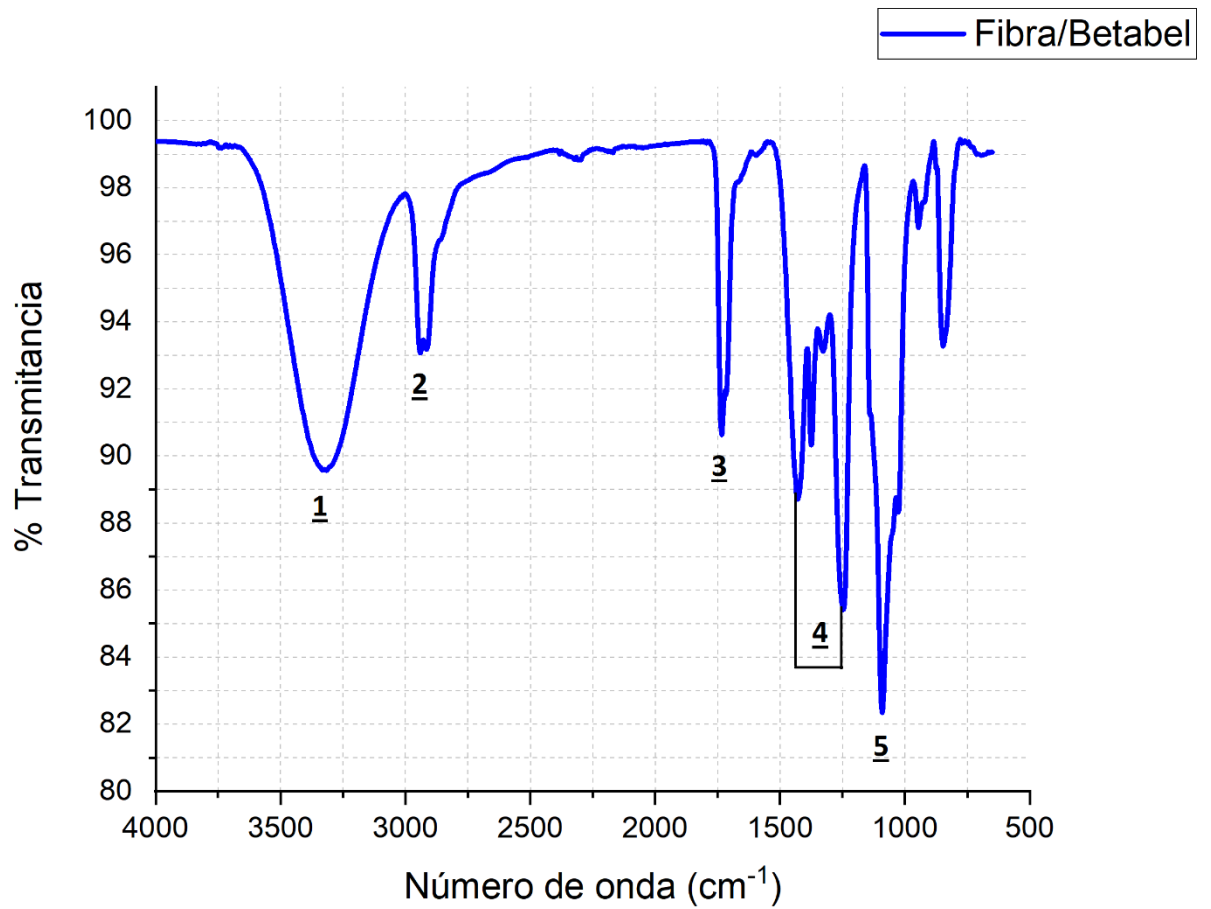


Figura 22. Espectros de Infrarrojo de Fibril/Extracto de betabel.

En la Tabla 19 se presenta la asignación con su respectiva posición de banda de los diferentes grupos funcionales.

Tabla 19. Asignación de bandas de antocianinas y betalaínas en IR.

Betalaínas/Antoxianinas		
N°	Posición de banda (cm ⁻¹)	Asignación
1	3300	Tensión O-H
2	2940	Estiramiento C-H
3	1740	C=O por grupos carbonilos
4	1250-1450	Estiramiento C=C por anillos aromáticos
5	1050	=CH- (Benceno)

En la banda ancha en 3300 cm⁻¹ la cual se atribuye a la tensión de grupos OH⁻ por la presencia de fenoles, en 2940 cm⁻¹ aparece una banda débil ocasionada por el estiramiento entre C-H. En 1740 cm⁻¹ aparece una banda por presencia de grupos carbonilos C=O, la banda N° 4 (1250-1450 cm⁻¹) se podrían deberse a estiramientos C=C del anillo aromático, la última banda ubicada en 1050 cm⁻¹ se atribuye a la deformación del anillo aromático, característicos de los pigmentos betalainicos y antociánicos del extracto de betabel tal como lo obtenido por otros autores (García, 2011).

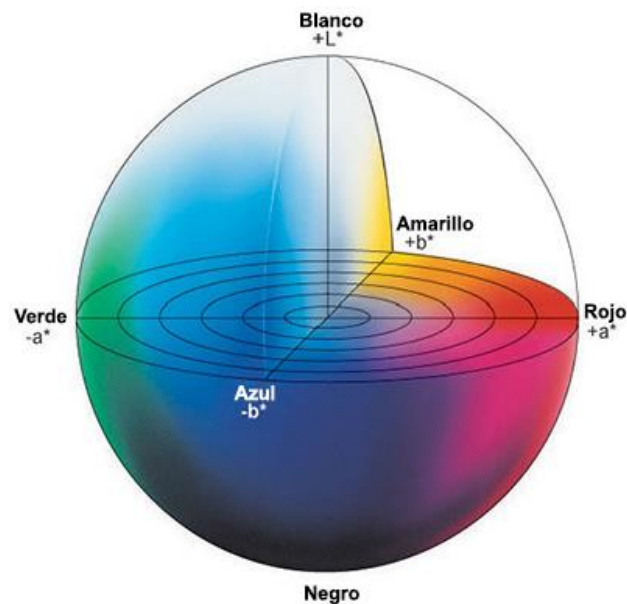
Todas las bandas identificadas con esta técnica asemejan a estructuras de betalaínas. El color que finalmente reveló las fibras con el extracto de betabel nos acerca más a su identificación.

3.8 Color en las fibras de alcohol polivinílico y extracto de betabel.

El color de las betalaínas es muy importante por lo que se ve reflejada en las fibras obtenidas y para estar en lo correcto se utilizó el sistema CIELAB, donde los valores de luminosidad (L*) van de claro a oscuro; mientras que los valores de a* y b* indican variaciones en la orientación del color.

“El eje L^* o de luminosidad va de 0 al 100; el cero indica negro y el cien blanco. Mientras que el eje de coordenada a^* indican variaciones de rojo en valores positivos, al verde tiene valores negativos y el eje b^* indica variaciones de amarillo (valores positivos) a azul (valores negativos)” (Hunter Lab, 2001).

Otra manera de cuantificar los cambios de color es mediante Delta E, sin embargo, este valor, solo indica la magnitud de la diferencia total de color, pero no indica cuan correcta es por lo que el valor de Delta E no fue utilizado en el presente trabajo.



En la siguiente Tabla 20 se observan los valores L^* , a^* y b^* de las fibras de PVA/Extracto de betabel contra las fibras de PVA que funcionó como blanco.

Tabla 20. Valores de L^* , a^* y b^* de las fibras de PVA comparadas con las de PVA/Extracto de betabel.

Nanofibras de PVA/Extracto de betabel						
		1	2	3	Promedio	SD
PVA	L^*	89.73	89.73	89.72	89.73	0
	a^*	-1.38	-1.39	-1.36	-1.37	0.01
	b^*	-0.75	-0.74	-0.75	-0.74	0.1
PVA/BETABEL	L^*	83.53	82.53	82.55	82.53	0
	a^*	2.36	2.39	2.35	0.37	0.02
	b^*	1.53	1.5	1.52	1.52	0.02

Los pigmentos que se encuentran en betabel se dividen en dos grupos principales como lo son las betacianinas, estas son de color violeta/rojizo es por eso que en los valores en el eje a^* se observan (Tabla 20) una coloración rojiza, mientras que el eje b^* está orientado por los colores amarillos queriendo decir que ahí se encuentran las betaxantinas que es de color el amarillo. En el eje L^* la luminosidad entre PVA y PVA/Extracto de betabel hubo una mínima disminución por la coloración de las fibras.

3.9 Aplicación de nanofibras en productos en confitería.

“Uno de los problemas derivados de la oxidación lipídica en los productos con alto contenido en grasas encontramos alteraciones sensoriales en estos, ocasionando el desarrollo de aromas desagradables (rancio), lo cual provoca en el alimento no sea apto y/o sea rechazado por el consumidor, ocasionando alteraciones en su calidad nutricional” (Badui, 2006).

En esta sección del trabajo experimental se encuentra unos de los objetivos principales del trabajo, la aplicación de las fibras en productos en confitería por lo que el alimento modelo utilizado para determinar la eficacia del empaque producto fue dulce de cacahuete estilo mazapán de la marca “De la rosa” de 20 g. Por lo que

se utilizó como envoltura o empaque las fibras de PVA/Extracto de betabel y se comparó con el empaque tradicional que trae el dulce de cacahuete estilo mazapán.

Para determinar rancidez del producto se utilizó el método “Índice de peróxidos”, por lo que las mediciones se hicieron en 30, 60 y 90 días, siguiendo el procedimiento de la norma “NMX-F-154-1987. Alimentos. Aceites y grasa vegetales o animales. Determinación del índice de peróxido. Foods. Vegetables or animals oils and fats. Peroxides index determination”.

En la Figura 23 se muestra los miliequivalentes de oxígeno en forma de peróxidos por kilogramo de grasa o aceite durante 30, 60 y 90 días con los dos empaques utilizados.

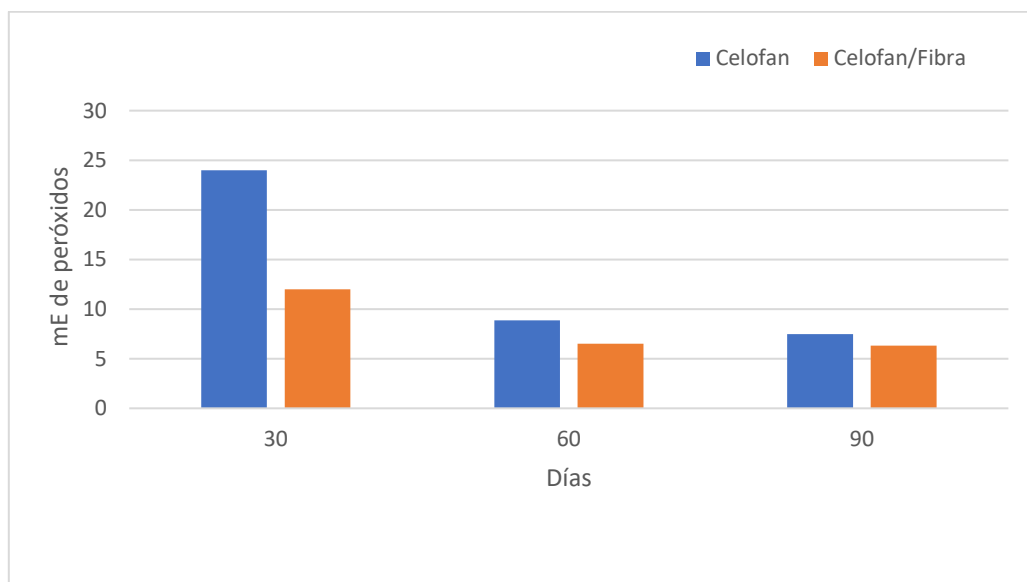


Figura 23. Prueba de rancidez medida en 30, 60 y 90 días de almacenamiento.

Como se puede observar en la Figura 23, a los 30 días de almacenamiento el empaque tradicional tuvo 24 miliequivalentes de peróxidos un valor alto comparado con el empaque con las fibras (PVA/Extracto de betabel) siendo el valor de 12 miliequivalentes de peróxidos por lo que podemos concluir que hubo una reducción en la formación de peróxidos del 50%. Para los 60 días el empaque tradicional tuvo un valor de 8 miliequivalentes de peróxidos, mientras que el valor del empaque con

las fibras (PVA/Extracto de betabel) fue de 6 miliequivalentes de peróxidos. Y para los 90 días de almacenamiento hubo una pequeña variación del 8% entre el empaque tradicional y el empaque con las fibras (PVA/Extracto de betabel), resultado en una contribución científica en el área de empaques de productos alimenticios, utilizado en la experimentación.

3.10 Color en producto dulce de cacahuete estilo mazapán.

El color es un parámetro importante para la aceptación del consumidor, así como sus otras propiedades organolépticas que son el olor, sabor y textura. La Tabla 21 se presentan los valores conseguidos en los ejes L^* , a^* y b^* para el dulce de cacahuete estilo mazapán.

Tabla 21. Valores de L^ , a^* y b^* de muestras solidas de dulce de cacahuete estilo Mazapán: a) Celofán y b) Celofán/Fibra.*

a)

Celofán con muestra solida			Promedio	SD
L^*	69.12	69.11	69.11	0
a^*	2.69	2.64	2.51	0.09
b^*	22.41	22.51	22.57	0.08

b)

Celofán/Fibra con muestra solida			Promedio	SD
L^*	69.61	69.59	69.55	0.03
a^*	2.18	2.19	2.17	0.01
b^*	20.3	20.23	20.16	0.07

Los valores de los ejes L^* , a^* y b^* (Tabla 21) se observa que hubo una pequeña variación entre los empaques utilizados. En el eje L^* el empaque tradicional Celofán tiene una menor luminosidad ya que en el proceso de rancidez el color afecta porque pueden ocurrir reacciones de pardeamiento tipo Maillard, entre las proteínas y los

productos carbonilos de degradación provenientes de la oxidación de los lípidos, por lo empaque Celofán/Fibra tiene una alta luminosidad. Para los ejes de a^* y b^* se metió en un plano cartesiano los valores (Figura 24) por lo que podemos observar es que la intensidad de los colores entre celofán tradicional es más intensos comparados con el de Celofán/Fibra.

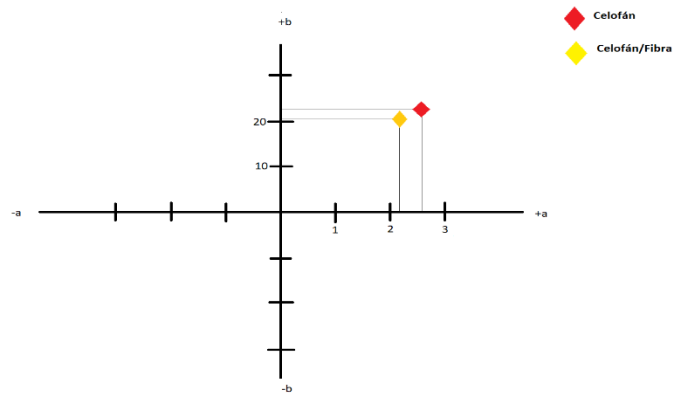


Figura 24. Plano cartesiano utilizado para orientar los valores de a^ y b^* .*

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- La técnica de electrohilado/electrospinning es una técnica innovadora que permitió la formación de nanofibras de extracto de betabel encapsulado.
- El trabajo experimental fue obtenido siguiendo el diagrama que se presentó al inicio de esta tesis, mismo que permitió el seguimiento adecuado de la metodología empleada.
- Como inicio se identificó la posibilidad de formar nanofibras de PVA con diferentes tipos de concentraciones, encontrando las condiciones óptimas de electrohilado así como observar la morfología de estas. Los conocimientos previos que se tenían acerca del polímero utilizado nos llevó a tener resultados positivos.
- En relación a las condiciones que se llevó a cabo la formación de nano y microfibras se concluyó experimentalmente los siguientes parámetros que permitieron buenos resultados al obtener las fibras de extracto de betabel.

Parámetro	Valor optimo
Voltaje:	
Polo (+)	15 kV
Polo (-)	5 kV
Velocidad de inyección	0.1 ml/h
Distancia entre la aguja y el colector	15 cm
Velocidad rotativa del rodillo	109 rpm

- Se comprobó la encapsulación de extracto de betabel utilizando el método de FTIR, donde pudimos identificar la presencia de betalainas y también betaxantinas presentes en las fibras.



- En relación con la aplicación de esta técnica de electrospinning se concluye que es una técnica que está en fase de investigación para el desarrollo de nuevos materiales para poder ser implementados en diferentes industrias en particular la industria alimentaria. Por lo que en esta investigación se logró electrohilar en diferentes tipos de soporte como el celofán, polipapel y aluminio dando nuevas alternativas en la colección de fibras.
- Se encapsulo extracto de betabel en celofán para la fabricación de un empaque para productos en confitería, en este caso fue un dulce de cacahuete estilo mazapán donde se midió la rancidez durante 30, 60 y 90 días donde se comparó la efectividad del empaque con las fibras y el empaque tradicional que trae el dulce de cacahuete estilo mazapán. El empaque con el extracto de betabel a los primeros 30 días hubo una reducción de rancidez del 50% en miliequivalentes de peróxidos cumpliendo uno de los objetivos específicos de esta investigación.
- Este empaque desarrollado durante esta investigación se puede utilizar en diferentes tipos de alimentos como lo son semillas (cacahuates, nueces, almendras, etc.), frutos secos y chocolates.
- Se recomienda para estudios posteriores cuantificar mediante cromatografía de líquidos la concentración de los pigmentos betalainicos encapsulados en la fibra.
- Se recomienda realizar estudios de microscopia para determinar cualitativamente la presencia de los pigmentos betalainicos/Xantocianicos en las fibras obtenidos, considerando que los pigmentos betalainicos absorben luz de entre 463 y 475 nm (García, 2011).

BIBLIOGRAFÍA

Acosta, L. M. (2000). Fermentación Microbiana de la Pulpa de Pitaya (*Stenocereus queretaroensis*) para la Liberación del pigmento hidrosoluble. Universidad Autónoma de Chapingo.

Álvarez, B. S y Zaragoza C. J. (2006). “Principales polímeros comerciales”. Universidad Politécnica de Valencia, servicio de publicación universitario. Valencia, España.

Azeredo, H. M. C. (2009). Betalains: Properties, sources, applications, and stability- A review. *International Journal Of Food Science and Technology*. 44(12), 2365-2376.

Ahn, Y. C., Park, S. K., Kim, G. T., Hwang, Y. J., Lee, C. G., Shin, H. S y Lee, J. K. (2006). Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers, *Current Applied Physics*, 6(6), 1030-1035.

Badui, G. (2006). *Química de alimentos*. Cuarta ed. México: Pearson educación.

Bhardwaj N. y Subhas C. (2010). Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. Vol 28, 325-347.

Cásseres, E. (1981). Produccion de Hortalizas. Tercera Edición, Primera Impresión. Editorial IICA, San José, Costa Rica.

Chen, D.W., Hsu, Y. H., Liao, J. Y, Liu, S. J., Chen, J. K., Ueng, S.W. (2012). Sustainable reléase of vancomycin, gentamicin and lidocaine from novel electrospun sándwich-structured PLGA/collagen nanofibrous membranas. *International Journal Of Pharmaceutics*. 430(1), 335-341.

Czapski, J., Mikolajczyk, K. y Kaczmarek, M. (2009). Relationship between antioxidant capacity of red beet juice and contents of its betalain pigments. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*. 59(2), 119-122.



Doshi, J. y Reneker, D. H. (1995). Electrospinning process and applications of electrospun fibers. *Journal of Electrostatics*, 35(2-3), 151-160.

Duque, L. M., Rodríguez, L. y López, M. (2013). Electrospinning: La era de las nanofibras. *Iberoamericana de Polímeros*, pp.10-27.

Dumitriu, R. P., Mitchell, G. R., Davis, F. J. y Vasile, C. (2017). Functionalized Coatings by Electrospinning for Anti-oxidant Food Packaging. *Procedia Manufacturing*, 12(59-65).

El-Mohdy, H. A. y Ghanem, S. (2009). Biodegradability, antimicrobial activity and properties of PVA/PVP hydrogels prepared by γ -irradiation. *Journal of Polymer Research*, 16(1), 1-10.

Formhals A. (1934). "Process and Apparatus for Preparing Artificial Threads" *U.S Patent No. 1975504*.

García, F., Gandía F., y Escribano, J. (2011). La combinación de ciertos pigmentos vegetales genera en las flores patrones de fluorescencia que podrían operar a modo de señal para los polinizadores. *Investigación y Ciencia*. Volumen 415. pp. 53.

González, T. M. (1976). Efecto de Cinco Fechas de Siembra en el Rendimiento y Calidad de Dos Variedades de Betabel (*Beta vulgaris L.*) en la Region de General Escobedo, N. L., UANL, México.

Guaro, E. (1974). *Horticultura Practica*, Editorial Albatros, Argentina

Gimeno Creus, E. (2004). Compuestos fenólicos totales. Un análisis de sus beneficios para la salud. *Farmacia y Salud, Oficina de Farmacia*. 23, 80-84.

Hayati, I., Bailey, A., y Tadros, T. (1987). Investigations into the mechanisms of electrohydrodynamic spraying of liquids. Effect of electric-field and the environment on pendant drops and factors affecting the formation of stable jets and atomization. *Journal colloid interfacescience*. 205-221.



Hernández, B. y Efrén, C. R. (2007). Caracterización del alcohol polivinílico usado en recubrimientos de base acuosa. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 15-25.

Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M. y Ramakrishna, S. (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and technology*. 63(15), 2223-2253.

Hunter Lab. (2001). Principios básicos de medida y percepción de color. Información técnica. HUNTER LAB.

Jiménez, J. P. (2007). *Metodología para la evaluación de ingredientes funcionales antioxidantes efectos de fibra antioxidante de uva en status antioxidante y parámetros de riesgo cardiovascular en humanos* (Doctoral dissertation, Universidad Autónoma de Madrid).

Juszczak, L. Witczak, M., Fortuna, T. y BeaTA, S. (2010). Effect of temperatura and soluble solids content on the viscosity of beetroot (*Beta vulgaris*) juice concentrate. *International of Food Propierties*. 13, 1364-1372.

Katti, D. S., Robinson, K. W. y Ko, F. K (2004). Bioresorbable nanofiber-based systems for wound healing and drug delivery: Optimization of fabrication parameters. *Journal of Biomedical Materials Research Part B*. 70(2), 286-296.

Kenawy, E. R. y Abdel-Hay, F. I. (2007). Controlled reléase of ketoprofen from electrospun poly (vinyl alcohol) nanofibers. *Materials Science and Engineering*. 459(1), 390-396.

Kujala, T. S., Loponen, J. M., Klika, K. D. y Pihlaja, K. (2000). Phenolics and Betacyanins in Red Beetroot (*Beta vulgaris*) Root: Distribution and Effect of Cold Storage on the Content of Total Phenolics and Three Individual Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 11(48), 5338-5342.



Latorre, M., Narvaiz, P., Rojas, A. M. y Gerschenson, L. (2010). Effects of gamma irradiation on bio-chemical and physico-chemical parameters of fresh-cut red beet (*Beta vulgaris* L.). *Journal of Food Engineering*. 2(98), 178-1191.

Leyva, D. E., (2009). *Determinación de antocianinas, fenoles y actividad antioxidante en licores y fruto de mora*. Oaxaca: UTM.

Li, Z. y Wang, C. (2013). Effects of Working Parameters on Electrospinning, En *One-Dimensional nanostructures*. Springer, Berlin, Heidelberg. pp. 15-28.

Maas, E. V. 1984. Crop Tolerance. En; *California Agriculture* Vol. 38(10):20-21.

Mainardi, F. F. (1978). *Hortalizas de Bulbo, Raíz y Tubérculo*. Editorial de Vecchi, S. A. Barcelona, España.

Marín Márquez, Pedro., Martínez Tapias, Pau. Diseño y estudio de una máquina de electrospinning. Mayo, 2011, vol. 1, 504-510. p.

Matsumura, S., Kurita, H. y Shimokobe, H. (1993). Anaerobic biodegradability of polyvinyl alcohol. *Biotechnology Letters*, 15(7), 749-754.

Moghe, A. K. y Gupta, B. S. (2008). Co-axial electrospinning for nanofiber structures: Preparation and applications. *Polymer Reviews*, 48(2), 353-377.

Morgalev, Y. N., Khoch, N. S., Morgaleva, T. G., Gulik, E. S., Borilo, G. A., Bulatova, U. A., Morgalev S. Y., y Ponyavina, E. V. (2010). Biotesting nanomaterials: Transmissibility of nanoparticles into a food chain. *Nanotechnology in Russia*. 5(11-12), 851-856.

Moreno, M., Betancourt, M., Pitre, A., Garcia, D., Belen, D., y Medina, C. (2007). Evaluación de la estabilidad de bebidas cítricas acondicionadas con dos fuentes naturales de betalaínas:tuna y remolacha. *Bioagro*. 19(3), 149-159.

Nandana, B. y Subhas, K. (2010). Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances*. 28(28), 325-347.



Ohkawa, K., Hayashi, S., Nishida, A., Yamamoto, H., y Ducreux, J. (2009). Preparation of pure cellulose nanofiber via electrospinning. *Textile Research Journal*. 79(15). 1396-1401.

Patterson, J. B. y Ede, R. E. (1970). Suelos y Abonos en Horticultura. Manuales de Técnica Agropecuaria. Editorial Acribia. Zaragoza, España.

Parzanese, M. (2011) Tecnologías para la industria alimentaria: Microencapsulación. *Alimentos Argentinos. Min Agri*. 1-12.

Prudencio, I., Gris, E., Tomazi, T. y Bordignon, M. (2011). Petit suisse manufactured with cheese whey retentate and application of betalains and anthocyanins. *LWT-Food Science and Technology*. 5(41), 905-910.

Ravichandran, K., Saw, N., Mohdaly, A. y Gabr, A. (2011). Impact of processing of red beet on betalain content and antioxidant activity. *Food Research International*.

Richards, L. A. (1954). Diagnosis and Improvement of Saline and Alkali Soils. Hand book No.60 V.S.D.A, U.S.A.

SIAP. (2014). Betabel, beta vulgaris var conditiva.

Sill TJ, Von Recum HA "Electrospinning: Applications in Drug Delivery and Tissue Engineering," *Biomaterials*, 29, 1989 (2008).

Sirc, J., Kubinova, S., Hobzova, R., Stranska, D., Kozlik, P., Bosakova, Z., ... Michalek, J. (2012). Controlled gentamicin release from multi-layered electrospun nanofibrous structures of various thicknesses. *International Journal of Nanomedicine*. 7(1), 5315,5325.

Stintzing, F. y Carle, R. (2004). Functional Properties of Anthocyanins and betalains in plants, food, and in human nutrition. *Trends in Food Science and Technology*. 1(15), 19-38.

Taylor, G. (1969). Electrically Driven Jets. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical Physical and Engineering Sciences*. 313(1515). 453-475.



Tiscornía, J.R. (1976). Cultivo de Hortalizas Terrestres. Bulbos. Raíces. Editorial Albatros. Buenos Aires. Argentina

Villanueva, E. (2014). *Contenido de betalainas y determinación de la actividad antioxidante de accesiones de Chenopodium quinoa*. Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho, Perú.

Wootton-Beard, P. C., y Ryan, L. (2011). A beetroot guice shot is a significant and convenient source of bioaccessible antioxidants. *Journal of Functional Foods*. 3(4), 329-334.

Xie, J., y Xia, Y. (2008). Electrospinning: An Enabling Technique for Nanostructured Materials. *Material Matters: 3-D Nano and Micro Structures*. 3(1), 19-22.

