



industriales
etsii

**Escuela Técnica
Superior
de Ingeniería
Industrial**

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA

**Escuela Técnica Superior de Ingeniería
Industrial**

Microencapsulación de leche mediante secado por atomización a baja temperatura.

TRABAJO FIN DE GRADO

GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA INDUSTRIAL

Autor: Juan Manuel Segura Aliaga
Director: José María Obón de Castro



**Universidad
Politécnica
de Cartagena**

Cartagena, diciembre 2020

AGRADECIMIENTOS

Lo primero de todo, me gustaría agradecer al departamento de Ingeniería Química y Ambiental de la Universidad Politécnica de Cartagena por darme la oportunidad de hacer este trabajo.

Al Catedrático Dr. José María Obón de Castro por brindarme su conocimiento, su pasión por la bioquímica y además de ser mi pilar fundamental para desarrollar este trabajo.

Y para acabar, a mis padres, a mi hermano, a mi familia, a mis compañeros de facultad y a mis amigos. Sin ellos nunca podría haber llegado a donde estoy ahora, ya que, como ellos siempre han estado en mis peores momentos, también quiero que estén los mejores.

Simplemente, gracias.

RESUMEN

El empleo de secado por atomización a baja temperatura es fundamental para conseguir un producto en polvo, donde no se deteriore los componentes más sensibles a la temperatura ni se produzca un gran consumo energético debido a la temperatura con la que se opera. Es por ello, que, es de especial interés operar en la condición mencionada anteriormente.

A partir de una leche comercial, produciremos a distintos caudales y temperaturas, una serie de muestras en polvo, donde se medirán los distintos parámetros físicos y químicos correspondiente a la leche en polvo para determinar la efectividad producida en las distintas muestras y corroborar el estudio que se lleva a cabo en este trabajo fin de grado.

En el último capítulo, se nos brindará la información necesaria para dictaminar si la producción de leche en polvo operando a una baja temperatura habría dado un resultado favorable, por lo tanto, se debería de conseguir; un alto rendimiento del proceso, que el contenido de humedad de la muestra no supere los límites especificados para su comercialización, una buena estabilidad y conservación de la muestra y una reconstitución de leche en polvo similar a la de partida.

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN.	5
1.1. Microencapsulación mediante secado por atomización.	5
1.1.1. Microencapsulación de sustancias bioactivas.	5
1.1.2. Técnicas de microencapsulación.	8
1.2. Secado por atomización de la leche.	12
1.2.1. ¿Qué es la leche? Composición química.	12
1.2.2. Microencapsulación de la leche mediante secado por atomización.	19
1.2.3. Estabilidad al almacenamiento de la leche en polvo.	28
2. OBJETIVOS.	31
3. MATERIALES Y MÉTODOS.	33
3.1. Productos químicos.	33
3.2. Métodos.	33
3.2.1. Homogeneización de la leche.	33
3.2.2. Determinación del contenido en sólidos de la leche.	34
3.2.3. Tinción de la leche y separación de las fases.	34
3.2.4. Obtención de leche en polvo mediante secado por atomización.	36
3.2.5. Medidas de densidad de la leche en polvo.	42
3.2.6. Determinación del contenido de humedad de las muestras de leche en polvo.	44
3.2.7. Reconstitución de las muestras de leche en polvo.	45
3.2.8. Estabilidad del polvo obtenido.	45
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	47
4.1. Homogeneización de la leche.	47
4.2. Coloración de la leche.	48
4.2.1. Descremado.	52
4.3. Secado por atomización de la leche.	53
4.3.1. Selección de las condiciones de atomización.	53
4.3.2. Efecto de la temperatura en el secado por atomización de la leche.	55
4.3.3. Rendimiento en peso del secado por atomización.	56
4.3.4. Densidad aparente, densidad compacta.	58

4.3.5. Contenido en agua y color de las muestras.	60
4.3.6. Reconstitución de la leche.	62
4.3.7. Estabilidad de las muestras con el tiempo de almacenamiento.	63
5. CONCLUSIONES.....	65
6. BIBLIOGRAFIA	67

1. INTRODUCCIÓN.

1.1. Microencapsulación mediante secado por atomización.

1.1.1. Microencapsulación de sustancias bioactivas.

La microencapsulación (ME) consiste en el recubrimiento de un compuesto bioactivo a través de una cobertura, teniendo como objetivo la conservación de las propiedades químicas y físicas de un biocompuesto, con el fin de que no se produzca ningún tipo de degradación, ya sea por la oxidación provocada por el oxígeno o por la luz (Reyna et al., 2015). Una imagen de una microcápsula simple se puede ver en la siguiente figura (Sánchez Hidalgo, 2019).

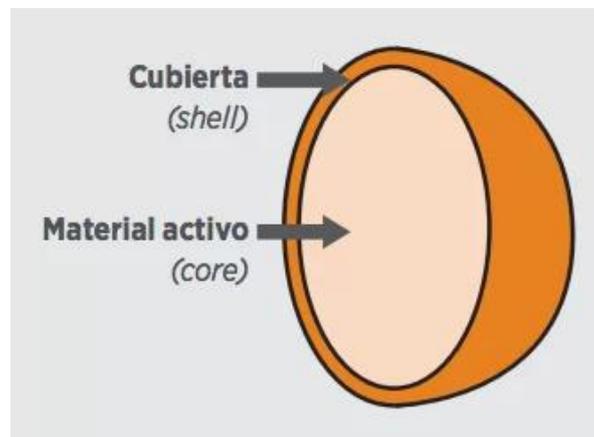


Figura 1.1.1.1. Microencapsulación del material activo.

Una vez descrito en que consiste la microencapsulación, definiremos lo que es una sustancia activa. Llamamos sustancia activa a ciertos compuestos que encontramos en los alimentos con la capacidad de activar el funcionamiento celular y también los mecanismos fisiológicos, teniendo un impacto positivo para la salud. La principal fuente de sustancias bioactivas se encuentra en las plantas, como el beta-caroteno (que se encuentra en la zanahoria y el melocotón) o la luteína (que se encuentra en la patata y tomates), entre otros muchos más ejemplos. (Jardón Sánchez, 2020)

Se denomina micropartícula a una partícula cuyo diámetro varía desde 1 μm hasta 1 mm. Las capsulas que rodean a la sustancia activa varían en tamaño de 50 nm a 2 mm dependiendo del proceso de nano o microencapsulación que se realice. El material de recubrimiento puede desprenderse de distintas formas como son la degradación de la capsula que la rodea o por la fusión de la membrana, por ruptura mecánica del

recubrimiento, o mediante una lenta difusión, donde la sustancia activa traspasa la envoltura que lo protege (Reyna et al., 2015). Alguno de estos mecanismos se presentan en la Figura 1.1.1.2 (Capablanca, 2008).



Figura 1.1.1.2. Desprendimiento de la sustancia activa.

En la Tabla siguiente se clasifican las distintas técnicas de microencapsulación atendiendo al método de obtención, químico o mecánico (Parra, 2010).

Tabla 1.1.1.1. Clasificación de las distintas técnicas de microencapsulación.

QUÍMICA	MECÁNICA
<ul style="list-style-type: none"> · Coacervación · Co- cristalización · Polimerización interfacial · Inclusión molecular · Incompatibilidad polimérica · Atrapamiento de liposomas 	<ul style="list-style-type: none"> · Secado por congelamiento o enfriamiento · Extrusión · Secado por aspiración

Dependiendo de la sustancia bioactiva que empleemos, se utilizaran distintas técnicas. Si queremos encapsular saborizantes, vitaminas o aromatizantes, podremos utilizar distintos procesos como la co-cristalización, la inclusión molecular, secado por atomización, extrusión, etc., existiendo más de una técnica de microencapsulación para una única sustancia. Sin embargo, el método que se utilice para encapsular dependerá de la sustancia bioactiva a microencapsular, el coste del proceso, la eficiencia del recubrimiento, el gasto de energía, etc. (Parra, 2010).

El recubrimiento que envuelve la sustancia activa puede estar constituido por materiales orgánicos (carbohidratos, lípidos, etc.) o por materiales inorgánicos (por ejemplo, silicatos). En la Tabla siguiente se presenta la composición de los distintos tipos de recubrimiento (Reyna et al., 2015).

Tabla 1.1.1.2. Composición de los distintos tipos de recubrimiento.

TIPO DE COBERTURA	COBERTURA ESPECÍFICA
Gomas	Agar, alginato de sodio, goma arábiga, carragenina
Carbohidratos	Almidón, dextranos, sacarosa, jarabes de maíz
Celulosas	Eticelulosa, nitrocelulosa, metilcelulosa, acetilcelulosa...
Lípidos	Ceras, parafinas, diglicéridos, aceites, grasas...
Proteínas	Gluten, caseína, albúmina
Materiales inorgánicos	Sulfato de calcio, silicatos

La microencapsulación se puede utilizar en distintos ámbitos, como puede ser:

La industria farmacéutica.

En la mayoría de los casos, se utiliza la microencapsulación en los medicamentos que son vía oral, no obstante, existen algunos casos de microcápsulas administrables a través de vía parenteral, ya sea intramuscular o subcutánea. En este campo se tiene una serie de diferentes objetivos: a) liberación controlada del biocompuesto, ya sea de manera gradual o a modo de pulsos, b) enmascaramiento tanto del sabor como del olor, con el fin de que no exista rechazo a la hora de ingerir el producto, c) prevención de la irritación del tracto gástrico, debido a que el propio medicamento tenga un carácter ácido, como es en el caso de la aspirina (Aguilar, 2009).

La industria textil.

Se produce la liberación del compuesto de manera gradual, pero teniendo como diferencia que no se expulsa el componente activo a través de la solubilización de la envoltura que está encapsulándolo, sino, que se produce mediante la permeabilización de la capsula o la propia rotura. La principal ventaja que se obtiene es la conservación del componente activo cuando se realiza el lavado de dicha prenda, aumentando la durabilidad del principio activo. No obstante, no tiene por qué liberarse el producto que se encuentra recubierto, ya que puede tener un distinto objetivo como almacenar o disipar el calor o el cambio de color debido a la humedad o por la luz solar. (Capablanca, 2008).

La industria cosmética.

Como en todas las industrias, su característica más notable es la segregación del producto de manera controlada. Existen muchas ventajas a la hora de microencapsular

en la industria cosmética: a) disociación de compuestos que son incompatibles cuando se encuentran en una misma matriz, b) expulsión del producto en unas ciertas condiciones, como puede ser un cambio del pH o la temperatura, c) ocultación del sabor y el olor, evitándose una mala percepción que provoca el principio activo y la prevención de la degradación del compuesto activo debido a factores externos y d) obtener un efecto prolongado del producto (Ribera, 2014).

La industria agroalimentaria.

Se puede utilizar la microencapsulación tanto para el producto de interés como en el proceso donde se lleva a cabo. Se encuentran en casos como la producción de productos fermentados, como por ejemplo el queso, donde la bacteria responsable (*Lactobacillus lactis*) es encapsulada con el fin de facilitar dicha elaboración, o una enzima que sea necesaria para la producción de cierto alimento. El recubrimiento del biocompuesto activo lo protege de la degradación o de que este sea atacado, y provoca que las vitaminas, nutrientes, bacterias y enzimas microencapsuladas perduren durante un tiempo más largo (Rodríguez Jerez, 2006).

1.1.2. Técnicas de microencapsulación.

En el apartado anterior, hemos mencionado las distintas técnicas de microencapsulación para recubrir una sustancia bioactiva. A continuación, se explicará en qué consisten cada una de ellas.

Coacervación.

Técnica empleada para disgregar las fases que forman uno o más hidrocoloides en la solución de partida, con su posterior inclusión de la fase coacervada que se ha formado en la superficie de la sustancia activa, que se encuentra suspendida en el medio de la reacción. Se categorizan en dos tipos debido al número de polímeros existentes, siendo simples o complejos.

En el caso de la coacervación compleja, se produce a causa de la unión entre dos o varios polímeros, pudiendo ser irregulares o lineales, con distinta carga, con el fin de utilizarse como material de recubrimiento. A través del material empleado como encapsulante y sus propiedades fisicoquímicas, se seleccionará un biopolímero adecuado para microencapsular. Macromoléculas como las proteínas y los polisacáridos forman un complejo mediante las interacciones electrostáticas de distinta carga. (Manzanarez-tenorio *et al.*, 2020).

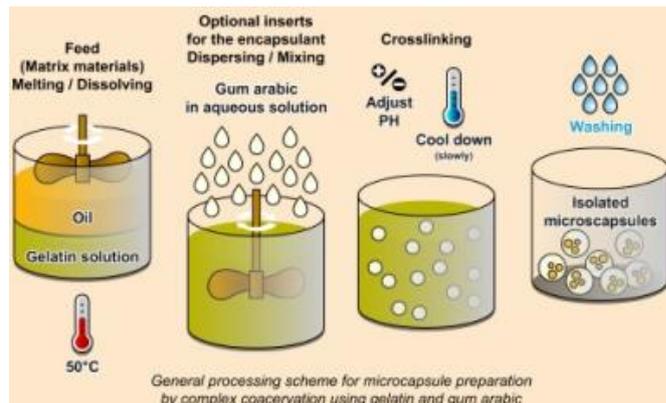


Figura 1.1.2.1. Proceso de coacervación compleja.

Co-cristalización.

Proceso de encapsulamiento de una sustancia activa utilizándose los cristales que se forman de la sacarosa como recubrimiento. Se altera la disposición de los cristales para conseguir una estructura porosa e irregular para que sea sencilla la introducción de la sustancia a encapsular.

La velocidad con la que aumente de tamaño los cristales de sacarosa en disoluciones sobresaturadas dependerá de tres pasos a seguir: Sobresaturación, nucleación y maduración. En estas etapas se produce un traspaso de materia, que conforma la disolución, a los cristales de sacarosa cuando incrementan de tamaño, además de generarse reacciones de superficie. Un aumento de la velocidad de agitación provoca un aumento en la difusión de la masa de la disolución, siendo un factor fundamental durante el proceso.(Blanquicett and Rangel, 2016).

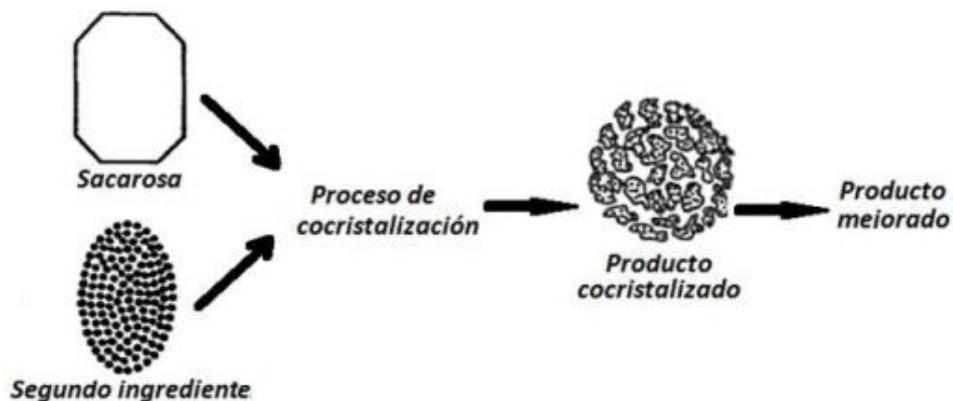


Figura 1.1.2.2. Proceso de co-cristalización.

Polimerización interfacial.

La polimerización interfacial se basa en disolver un monómero (capaz de polimerizar y que sea hidrofóbico) en un compuesto activo hidrofóbico, originando que el conjunto se disperse en una fase polar, entretanto, se produce la polimerización del monómero a través de un catalizador, donde se colocara alrededor de la sustancia bioactiva, además de ser insoluble en el material activo hidrofóbico.

Se emplean como materiales encapsulantes distintos polímeros como el nylon, poliuretanos y poliamidas, aplicándose como recubrimientos de ciertos fármacos, proteínas... (Álvarez, 2018).

Inclusión molecular.

La inclusión molecular se produce mediante la interacción entre una molécula pequeña y otra molécula más grande con forma circular (la cual se emplea como material de recubrimiento), donde la de menor tamaño se introduce dentro de la otra. El compuesto que se usa como encapsulante es la ciclodextrina, protegiendo tanto sabores como otros compuestos que sean sensible a la temperatura como las vitaminas liposolubles. (Parra, 2010)

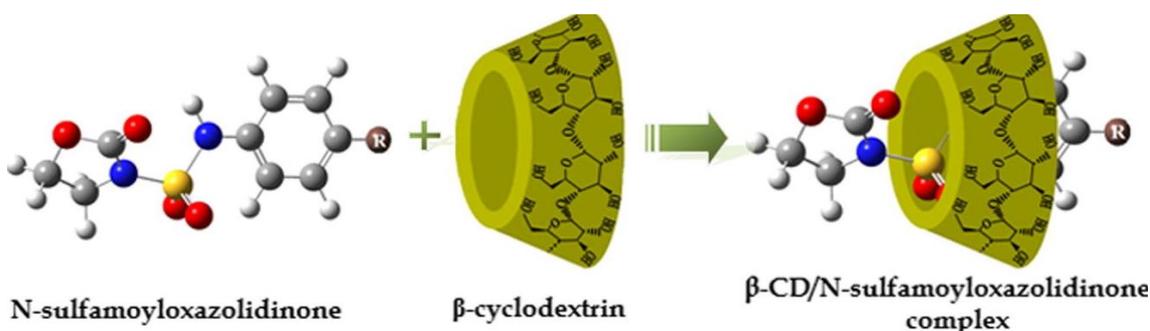


Figura 1.1.2.3. Proceso de inclusión molecular.

Incompatibilidad polimérica.

Técnica que aplica la disgregación de las fases de una mezcla formada por dos polímeros que son, tanto químicamente diferentes como químicamente incompatibles en el mismo disolvente. La sustancia activa reaccionará con uno de los polímeros, el cual se colocará sobre la superficie de la sustancia a encapsular, generando un recubrimiento

que lo envuelve entero. Para el empleo de este proceso se utilizan disolventes orgánicos y una sustancia activa sólida. (Islas, 2002).

Atrapamiento de liposomas.

El material empleado como encapsulantes son los fosfolípidos (compuesto que forma parte de las membranas celulares y las membranas de los liposomas). Se emplean para proteger tanto compuestos hidrosolubles como liposolubles, llegándose a proteger ambos a la vez, donde los hidrosolubles se encuentran en el interior del liposoma y los liposolubles en la membrana del liposoma.

Es utilizado para encapsular compuestos farmacológicos, con el fin de liberar el material recubierto de manera controlada, sin embargo, también se ha empleado en el ámbito alimenticio. (Álvarez, 2018).

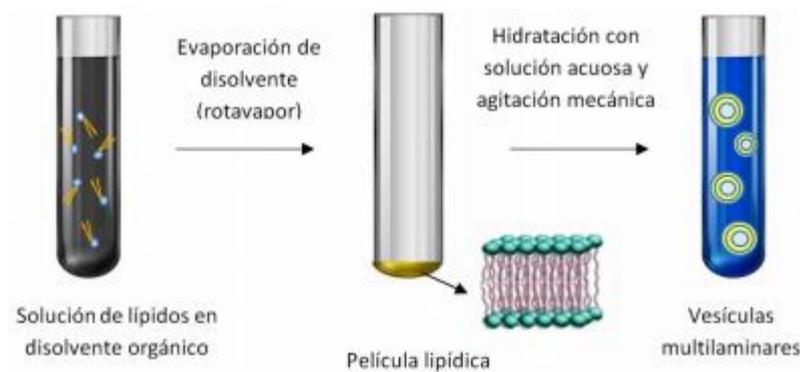


Figura 1.1.2.4. Proceso de atrapamiento en liposomas.

Aspersión por congelamiento o enfriamiento.

Modelo similar al secado por atomización, pero con ciertas diferencias significativas. El gas empleado para secar es frío y el producto obtenido a través del proceso viene dado por una suspensión o una emulsión, donde se encontrará el compuesto de recubrimiento de la sustancia activa (se puede encontrar en estado sólido o líquido).

El material empleado para encapsular puede ser una cera o una grasa, haciendo que el producto final sea insoluble en agua, pudiéndose controlar la expulsión de la sustancia mediante la temperatura, lo que causa que se funda la película. La temperatura de la cámara se ajustará dependiendo del punto de fusión de la cera o grasa. Los materiales

que se encapsulan son compuestos alimenticios y biológicos sensibles, como pueden ser aromas, vitaminas, acidulantes, sabores, etc. (Álvarez, 2018).

Extrusión.

Técnica que opera a través de un extrusor a alta presión con el fin de generar gotas a partir de una emulsión del material a encapsular y del encapsulante. Se emplea el alginato de calcio como recubrimiento y puede ser utilizado para proteger enzimas, microorganismos, ácidos grasos, etc., formándose un producto final menos poroso que aplicándose secado por atomización. (Álvarez, 2018).

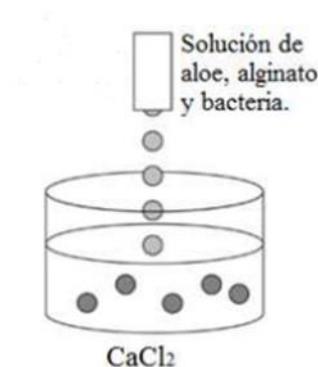


Figura 1.1.2.5. Proceso de extrusión.

Secado por atomización.

El proceso de secado por atomización vendrá explicado en el apartado 1.2.2.

1.2. Secado por atomización de la leche.

1.2.1. ¿Qué es la leche? Composición química.

La designación de "leche", desconociendo o no indicando su origen, es referida en general a la leche de vaca. Cualquier leche procedente de otra especie será denominada leche, seguido del nombre del animal al que pertenezca. Un ejemplo puede ser la leche de oveja, la leche de cabra, la leche de mula, etc.

Se puede definir la leche desde un punto de vista más técnico. A nivel químico, es considerada como una de las sustancias más completas que se pueden encontrar en la naturaleza, pues contiene hidratos de carbono, grasas y proteínas. Las grasas

constituyen alrededor del 5 por ciento del contenido sólido de la leche de vaca, las proteínas aproximadamente el 3,5 %, y del 3 al 4 % la lactosa. El contenido en sólidos totales llega por tanto a valores entre el 12-13% (siendo sólidos no grasos un valor cercano al 9 %) y el contenido en agua de un 82-82,5 %. Dietéticamente, es un alimento casi perfecto a nivel nutricional. La lactosa y las grasas juegan un papel imprescindible como fuente de energía. La caseína es la proteína que más abunda en la leche, aportando aminoácidos esenciales. La leche también aporta vitamina B12, calcio y fósforo (García et al, 2014).

Descrito de una manera física, la leche es un fluido líquido de un color blanquecino opalescente y opaco, debido a la refracción de la luz sobre los coloides en suspensión.

Composición química.

La leche se basa en una combinación múltiple de diferentes sustancias, que se encuentran en forma de emulsión o suspensión y algunas siendo una mezcla homogénea. Está constituida por lactosa, lípidos, proteínas, minerales y vitaminas, designadas como sólidos totales (dependen de diversos factores como el tipo de raza, la base de su alimentación, las condiciones del entorno, la salubridad de la vaca...) y agua.

Agua.

Es el medio donde los glóbulos grasos y otras sustancias de gran tamaño están suspendidos o emulsionados. Las proteínas se hallan originando un tipo de coloide denominado sol (donde la fase dispersa es un sólido y la fase dispersante es el líquido), siendo la caseína y la globulina liófilos, y la albumina liófilo. Sin embargo, otros componentes como las sales y la lactosa se encuentran formando una disolución homogénea con el medio. La leche tiene un peso específico alrededor de 1,027 a 1,035, siendo la media de 1,032 (García et al, 2014).

Lípidos.

La casi totalidad de la grasa láctea se produce en la glándula mamaria, a través de las células secretoras, componiendo casi el 3 % de la leche. En la leche la grasa se identifica como glóbulos microscópicos (variando su diámetro entre 0,1 y 0,22 μm) recubiertos por una capa de fosfolípidos que protege la aglomeración de la grasa y permite que esté disgregada en el medio. También participan proteínas en la formación de la membrana que protege al glóbulo de grasa.

Los lípidos que se encuentra en la leche son triacilglicéridos, que están formados por una gran variedad de ácidos grasos con distintos pesos moleculares, estructuras bioquímicas y grado de insaturación en la cadena. La formación de los ácidos grasos de la leche se debe tanto al tipo de alimentación que lleve la vaca como a la actividad bacteriana producida en el rumen. La composición de la grasa láctea está formada alrededor de un 70 % de ácidos grasos saturados (siendo aproximadamente el 11 % de cadena corta), un 26 % de ácidos grasos monoinsaturados, y un 4 % de ácidos grasos poliinsaturados. Los principales ácidos grasos de la leche se presentan en la Tabla siguiente (García et al, 2014).

Tabla 1.2.1.1. Principales ácidos grasos en la leche.

Nombre común	Nomenclatura química	%	Número de átomos			Enlaces dobles	Estado
			C	H	O		
Ácidos grasos saturados							
Butírico	Butanoico	4,5	4	8	2	0	Líquido
Caproico	Hexanoico	2,2	6	12	2	0	
Caprílico	Octanoico	2,5	8	16	2	0	
Cáprico	Decanoico	3,8	10	20	2	0	Sólido
Láurico	Dodecanoico	5,0	12	24	2	0	
Mirístico	Tetradecanoico	11,0	14	28	2	0	
Palmítico	Hexadecanoico	25,0	16	32	2	0	
Estearico	Octadecanoico	7,0	18	36	2	0	
Ácidos grasos monoinsaturados							
Oleico	Octadecenoico <i>cis-9</i>	3,0	18	34	2	1	
Ácidos grasos poliinsaturados							
Linoleico	Octadecadienoico <i>cis-9,12</i>	2,0	18	32	2	2	Líquido
Linolénico	Octadecatrienoico <i>cis-6,9,12</i>	0,7	18	30	2	3	
Araquidónico	Eicosatetraenoico <i>cis-5,8,11,14</i>	0,7	20	32	2	4	

Proteínas.

Las proteínas conforman entre el 3-4 % de la leche, dividiéndose en tres grupos: caseínas, proteínas que se encuentran en el lactosuero y proteínas que forman la membrana del glóbulo graso (Agudelo y Bedoya, 2005). En la siguiente figura se muestran en detalle las micelas de caseína y su tamaño en relación con los glóbulos de grasa.

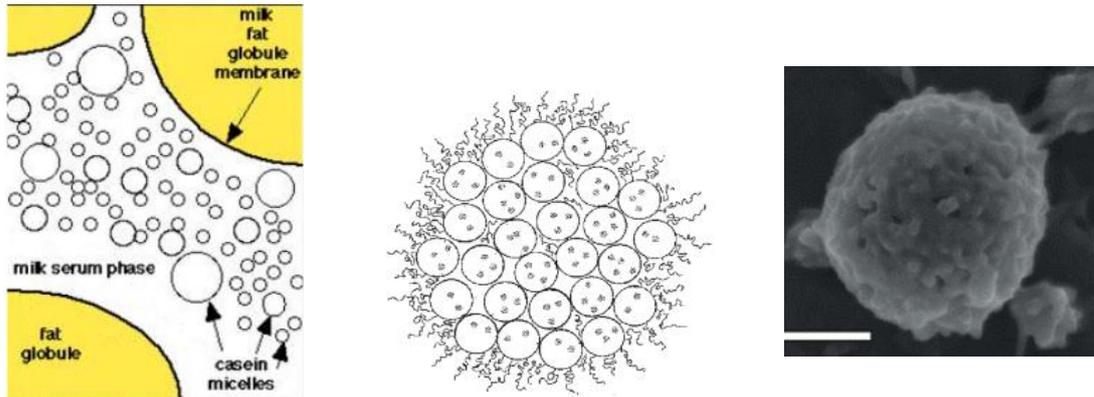


Figura 1.2.1.1. Estructura general de las proteínas de la leche.

1) Caseína.

Forman el 78% de las proteínas que se encuentran en la leche. Precipitan cuando la leche se acidifica a un pH de 4.6 y se ubican adheridas primordialmente con fosfato de calcio ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) en las micelas.

Mediante la movilidad electroforética, se clasificarán los distintos tipos de caseína: γ -caseína, κ -caseína, β -caseína, α_{s1} caseína y α_{s2} caseína. Las diferentes moléculas de caseína tienen como función impedir la precipitación y agregación de las proteínas en la leche.

2) Proteínas que se encuentran en el lactosuero.

Un 20% de las proteínas de la leche lo forman las proteínas del lactosuero y en vez de contener fósforo, contienen azufre y se mantienen hasta un pH de 4.6 en el lactosuero.

Su uso principal a nivel industrial es la preparación de fórmulas lácteas infantiles y alimenticias, además de hidrogeles con el fin de encapsular los compuestos bioactivos y se liberen de manera controlada. El lactosuero está constituido por distintos compuestos con nitrógeno proteico como es la α -lactoalbúmina con una estructura terciaria globular apoyada por cuatro enlaces disulfuro. Es usado en fórmulas lácteas a causa de su gran cantidad de aminoácidos esenciales como el triptófano (García et al, 2014).

3) Proteínas que forman la membrana del glóbulo graso.

El último 2 % de las proteínas que corresponden a la leche son las que forman las membranas de los glóbulos grasos, uniéndose cuando se produce la secreción apocrina por medio de la membrana del lactocito.

Un resumen con la proporción de las diferentes proteínas presentes en la leche se ofrece en la siguiente Tabla (García et al, 2014).

Tabla 1.2.1.2 Principales proteínas en la leche (considerando 36 g proteína/L).

	Abreviatura	g/L	%
Caseínas		28,0	78
α_{s1} -Caseína	α_{s1} -CN	12,4	34,7
α_{s2} -Caseína	α_{s2} -CN	3,0	8,3
β -Caseína	β -CN	7,0	19
κ -Caseína	κ -CN	4,2	12
γ -Caseína	γ -CN	1,4	4
Proteínas del lactosuero		7,2	20
β -Lactoglobulina	β -LG	4,2	11,7
α -Lactoalbúmina	α -LA	1,1	3
Fracción proteosa-peptona	PP	0,8	2,2
Inmunoglobulina G	IgG	0,6	1,7
Inmunoglobulina M	IgM	0,09	0,25
Inmunoglobulina A	IgA	0,01	0,027
Albúmina de suero	AS	0,3	0,83
Lactoferrina	LF	0,1	0,27
Proteínas de la membrana del glóbulo graso		0,7	2

Lactosa.

Considerado como el azúcar de la leche, es un disacárido formado por la unión de una molécula de galactosa y una de glucosa (Agudelo and Bedoya, 2005). En la figura siguiente se muestra su estructura química. La cantidad de lactosa presente en la leche comercializada no cambia con la variación de la grasa en la leche, es decir, ya sea la leche semidesnatada, entera o desnatada, se mantiene la misma cantidad de lactosa en la leche (4.7 g lactosa/100 ml de leche). La lactosa se degrada en el intestino mediante la enzima lactasa, descomponiendo el disacárido en glucosa y galactosa. Una falta de lactasa provoca que la lactosa no se degrade, ocasionando que las bacterias que se encuentran en el colon las descompongan, generando inconvenientes para la salud. Este déficit de enzima es conocido como intolerancia a la lactosa. (Agudelo and Bedoya, 2005).

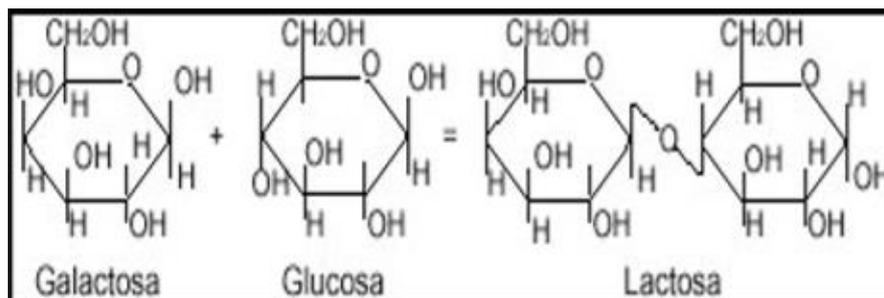


Figura 1.2.1.2 La molécula de Lactosa.

Minerales.

Dentro de la leche se encuentran una serie de elementos minerales como son: potasio, hierro, magnesio, cobalto, calcio, sodio, fósforo... Incluso, se han observado otros elementos como la plata, molibdeno y aluminio. El zinc, hierro, fósforo, magnesio, cobre, calcio y manganeso forman parte de la estructura de la membrana que recubre a los glóbulos grasos. Una fracción de los metales, destacando los halógenos y alcalinos, se observan sueltos en forma de iones, aunque la mayoría del calcio que existe en la leche se encuentra unido a la caseína.

Conforme progresa la época de lactancia, la composición de la leche se va alterando en ciertos minerales como son: potasio, calcio, fósforo (disminuye su concentración, a excepción del calcio y fósforo que vuelven aumentar sutilmente), sodio (aumenta su concentración en la leche). También su constitución puede variar a causa de la dieta que lleve el espécimen como un aumento o disminución del cobre. En el caso del magnesio su concentración no varía. (Agudelo and Bedoya, 2005).

En la siguiente tabla se presenta la composición de los principales minerales presentes en la leche (Burgos and Peláez, 2017).

Tabla 1.2.1.3 Principales minerales en la leche.

MINERAL	mg/L
Calcio	1250
Fósforo	920
Potasio	1570
Sodio	480
Magnesio	120
Cinc	3,8
Hierro	0,9

Vitaminas.

Existen dos tipos de vitaminas dentro de la leche:

1) Liposolubles.

Están formada por las vitaminas A, D y E, y se hallan en la materia grasa. Una variación de la grasa puede provocar una fluctuación en la cantidad de este tipo de vitaminas que se encuentran en la materia grasa. La proporción de estas vitaminas en la leche depende de la dieta, el clima y el entorno.

2) Hidrosolubles.

Están formadas por las vitaminas B1, B2, B6, B12, C y se ubican en la fase acuosa. Normalmente las vitaminas hidrosolubles no varían su concentración. Aunque la concentración de vitamina C puede ser alterada por el tipo de alimentación que lleve el animal.

El contenido vitamínico que se encuentra en la leche puede depender de diversos factores con la radiación lumínica o la temperatura, causando que su propio almacenamiento disminuya su cantidad (Agudelo and Bedoya, 2005).

Tabla 1.2.1.4. Principales vitaminas en la leche. (Burgos and Peláez, 2017).

VITAMINAS		por cada 100 ml de leche
Liposolubles	Vitamina A (μg)	46
	Vitamina D (μg)	0,03
	Vitamina E (mg)	0,1
Hidrosolubles	Tiamina (mg)	0,04
	Riboflavina (mg)	0,19
	vitamina B6 (mg)	0,04
	Vitamina B12 (μg)	0,3
	Vitamina C (mg)	1,4
	Folatos (μg)	5,5

Una vez vista la composición de la leche, en la tabla 1.2.1.5 se comparará con otras leches de distintas especies, observándose que el tanto por ciento de los distintos sólidos totales no son igualitarios entre diferentes especies (Sanz *et al.*, 2003).

Tabla 1.2.1.5 Composición (%) de las leches de distintas especies.

	CABRA	OVEJA	HUMANA	VACA
Sólidos totales	12,97	19,3	12,5	12,01
Grasa	4,14 (31,92)	7,00 (36,27)	4,38 (35,04)	3,44 (27,81)
Lactosa	4,45 (34,31)	5,36 (27,77)	6,89 (55,12)	4,66 (38,70)
Proteína	3,56 (27,45)	5,98 (30,98)	1,03 (8,24)	3,29 (27,39)
Caseína	3,03 (23,36)	4,97 (25,75)	0,37 (2,96)	2,68 (22,31)
Minerales	0,82 (6,32)	0,96 (4,97)	0,20 (1,60)	0,72 (6,00)

1.2.2. Microencapsulación de la leche mediante secado por atomización.

Principios generales de la microencapsulación mediante secado por atomización.

La microencapsulación mediante secado por atomización es un proceso en el que una disolución, emulsión o suspensión es atomizada a través de una corriente de gas caliente. Al evaporarse el agua que se encuentra en el producto líquido, la sustancia activa queda recubierta de una película que lo protege del medio exterior, con el fin de obtener un polvo de manera instantánea. El gas que se usa normalmente es el aire, aunque pocas veces se utiliza el nitrógeno como gas para atomizar. El tamaño de partícula que se consigue a partir de este método depende del material con el que se alimenta al equipo y las condiciones con la que se operen, obteniéndose desde un polvo fino (10-50 μm) hasta partículas de gran tamaño (200-300 μm) (López Hernández, 2010; de la Rosa y Angulo, 2011). En la siguiente figura se observan distintos tamaños de partículas (Miravet et al., 2009).

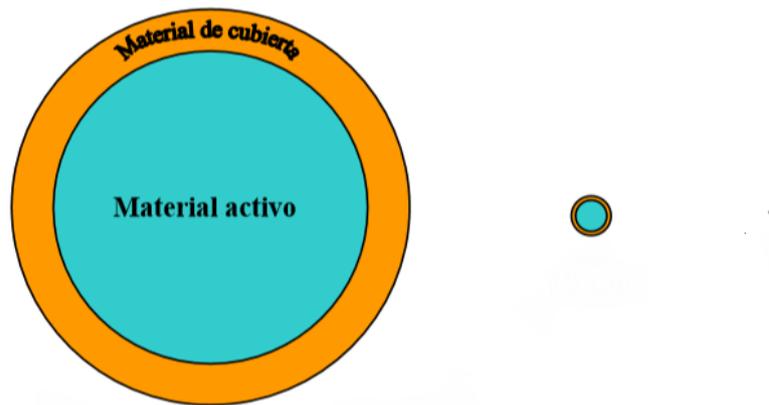


Figura 1.2.2.1. Distintos tamaños de partículas obtenidas a un mismo volumen de material activo y de cubierta.

La calidad del producto conseguido una vez aplicado el secado por atomización vendrá afectada por diversos factores, como son las propiedades de la disolución utilizada (concentración, viscosidad, velocidad de flujo, etc.), el gas empleado para atomizar, (velocidad de flujo, presión, temperatura), interacción entre el gas caliente y las gotas de la disolución en la cámara de secado (flujo a contracorriente o paralelo), como también el tipo de atomizador que se emplee (Miravet et al., 2009).

Para estimar que la técnica de secado por atomización haya sido eficiente, deberá pasar una serie de requisitos:

- 1) la cobertura que envuelve al producto que queremos encapsular tiene que ser estable.
- 2) evitar que exista una disminución de los materiales volátiles.
- 3) prolongar la vida del producto para que perdure un mayor tiempo.
- 4) obtener la máxima cantidad de la sustancia bioactiva dentro del polvo.

Para conseguir este objetivo, es imprescindible saber las características que conforman la disolución que queremos secar, así como conocer la descripción del polvo que se desea obtener (de la Rosa y Angulo, 2011).

Las etapas que conforman el secado por atomización son:

Atomización:

Es considerada como una operación crucial durante el proceso de secado. La clase de atomizador establece tanto la energía necesaria para realizar la atomización como la formación del tamaño de sus gotas, la trayectoria que recorren, la uniformidad y por último, la dimensión que tendrá la partícula.

El tipo de boquilla o atomizador que se utilice vendrá dado por la naturaleza del material con la que se alimenta y las propiedades del polvo deseado. Aumentando la energía, provoca una mayor dispersión del fluido a expulsar, siendo las gotas más diminutas (Yurani y Peña, 2012).

En la siguiente figura se presenta la atomización con una boquilla de dos fluidos, que utiliza el equipo a escala laboratorio Büchi B-290 (BUCHI, 2018).



Figura 1.2.2.2. Proceso de atomización.

Dentro de la industria alimentaria, encontramos tres variantes de atomizadores para el secado: ruedas giratorias y boquillas a presión tanto para un único fluido como para dos. A continuación, se mostrará en la Tabla 1.2.2.1 la representación de las distintas dimensiones de gotas que originan por acción de los distintos atomizadores (Miravet et al., 2009).

Tabla 1.2.2.1. Obtención de distintos tamaños de gota a partir de diferentes tipos de atomización.

TIPO DE ATOMIZACIÓN	TAMAÑO DE GOTA
Ruedas giratorias	1-600 μm
Boquillas a presión de un fluido	10-800 μm
Boquillas a presión de dos fluidos	5-300 μm

Contacto gota atomizada – aire:

Dentro de los equipos empleados para el secado por atomización, existe una cámara donde se realiza el secado del líquido a atomizar por medio del gas caliente, denominada cámara de secado. Por lo general, dicha sección tiene una estructura cilíndrica y en la siguiente Figura 1.2.2.3. puede observarse el contacto entre el fluido atomizado y el gas caliente (Espinoza *et al.*, 2017). La forma cilíndrica que posee este compartimiento depende de la clase de atomizador a usar (ángulo de aspersion, tipo de atomización...), debido a que el recorrido de las gotas es distinto, de modo que se determinará el diámetro y altura de la cámara de secado.

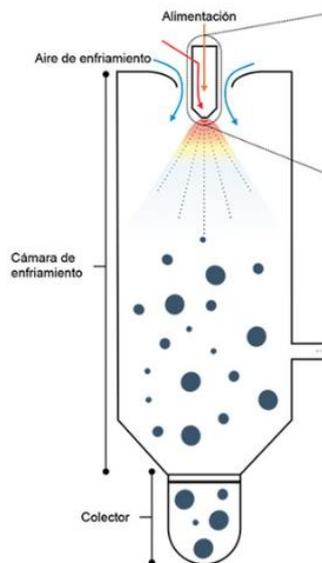


Figura 1.2.2.3. Interacción entre la alimentación atomizada y el gas caliente.

En general, se disponen de tres configuraciones entre el caudal de entrada de alimentación y el caudal de entrada del gas, tal y como muestra la siguiente figura (Miravet et al., 2009).

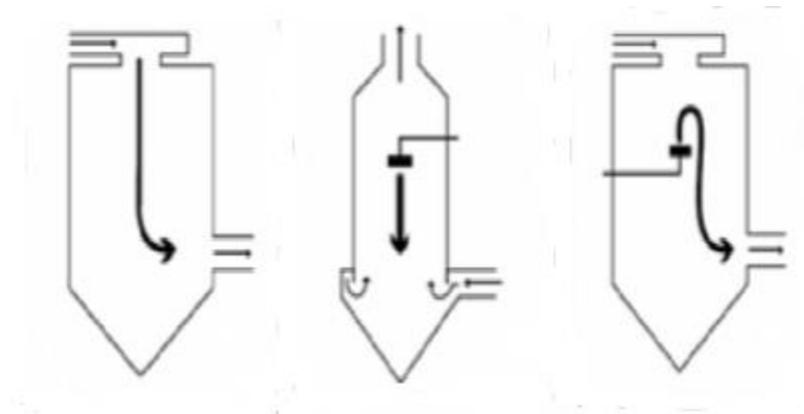


Figura 1.2.2.4. Tipos de flujos (nombrados de izquierda a derecha): **flujo cocorriente, flujo contracorriente, y flujo combinado.**

Flujo cocorriente: El caudal de gas caliente y caudal de alimentación que se atomiza recorren la misma dirección en la cámara de secado. Las gotas formadas por la aspersión del flujo interactúan con el gas caliente cuando contiene la máxima cantidad de humedad. El polvo se debe tratar con precaución a causa de la rápida evaporación de las gotas.

Flujo contracorriente: El caudal de alimentación a atomizar y el caudal de gas caliente se disponen en direcciones opuestas dentro de la cámara de secado. En esta disposición, el flujo de gas caliente se eleva de manera vertical, produciendo que la temperatura del material crezca y elimine la humedad sobrante. Una vez que el polvo consiga el peso necesario para vencer la fuerza del flujo del gas caliente, caerá e irá directo a la zona de recolección del producto. Esta disposición es únicamente viable para compuestos termoestables.

Flujo combinado: Es una combinación de los dos métodos mencionados anteriormente. En este caso, el material se atomiza en la parte superior de la cámara, donde permanecerá por un corto periodo de tiempo en la zona de gas caliente con el fin de eliminar la humedad sobrante. Por la acción de la gravedad, el polvo formado será enviado a la zona más fría (de la Rosa y Angulo, 2011).

Separación del producto seco.

La separación del producto seco será el proceso final del secado por atomización. Así, una vez que se ha atomizado la alimentación y se ha eliminado la humedad restante, el producto final será llevado a zonas específicas para su recolección.

Existen dos posibles zonas para almacenar el polvo obtenido:

Zona de separación primaria: Se encuentra dispuesta en la parte inferior de la cámara de secado, donde caerán las partículas de mayor tamaño.

Zona de separación secundaria: Se utiliza para la recogida de partículas pequeñas que no han caído a la base de la cámara de secado. Pueden encontrarse distintos sistemas de recolección que serán mencionados en la tabla 1.2.2.2 dependiendo de los criterios de selección (Yurani y Peña, 2012).

Tabla 1.2.2.2. Selección de los distintos tipos de sistema de recolección.

REQUERIMIENTOS	SISTEMA DE RECOLECCIÓN
Bajo coste, eficiente, fácil limpieza	Ciclones
Coste medio, muy eficiente	Filtros bolsa
Grandes volúmenes de aire	Precipitador electrostático
Recuperación de productos finos	Ciclón + filtro húmedo

En la siguiente figura se presentan los dos recolectores de producto que tiene el equipo de laboratorio Büchi B-290 Mini Spray Dryer (Manual de instrucciones Büchi B-290).

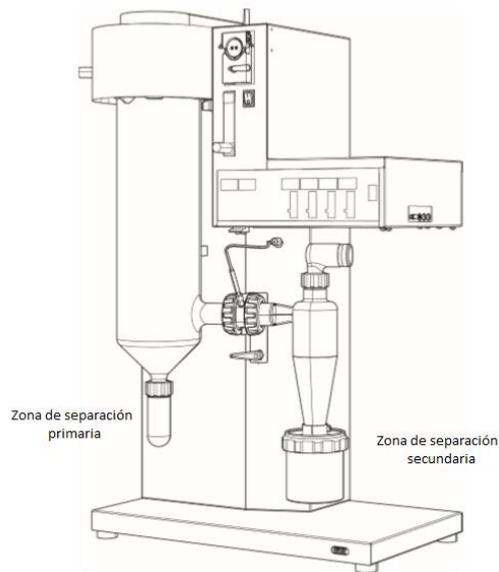


Figura 1.2.2.5. Recolectores del producto final.

Obtención de leche en polvo mediante secado por atomización.

La leche en polvo es el producto sólido obtenido por eliminación del agua de la leche, de la leche desnatada o parcialmente desnatada, de la nata o de una mezcla de dichos productos y cuyo contenido de agua es igual o inferior a un 5 % en peso del producto final. La evaporación de parte del agua hasta conseguir unos valores en contenido en agua entre el 2,8 al 8 % permite inhibir la proliferación de los microorganismos y aumentar el tiempo de vida útil del producto obtenido.

Lo primero de todo a la hora de realizar el proceso de secado, es evaporar la leche y homogeneizarla.

Para la evaporación de la leche, se emplean temperaturas de operación desde 40 hasta 70 °C a una presión reducida, con el fin de que no se produzcan reacciones que alteren la composición de la leche debido a un aumento de calor, como la reacción de Maillard (provoca un cambio en la pigmentación, de un tono más claro a uno más oscuro, además de una alteración en las proteínas de la leche). Al evaporarse parte del agua, la concentración de sólidos totales que se encuentran en la leche aumenta, generando un aumento en el punto de ebullición y al estar relacionadas la presión de operación con la temperatura de ebullición, se irá modificando para conseguir el producto que

queremos. Normalmente se obtienen la leche con una concentración de sólidos totales entre 48-50 %. (Guardiola, 2015).

Una vez obtenida la leche concentrada del evaporador, será llevado al homogeneizador, donde atravesará una serie de agujeros de diámetro ínfimo, mediante una presión y velocidad elevada, provocando que los glóbulos de grasa se rompan y sean más pequeños. Pueden operar a través de una etapa simple (uso de un único homogeneizador y utilizado en leches con bajas concentraciones de grasas y que se desee una alta viscosidad) y de doble etapa (uso de 2 homogeneizadores conectados en serie y utilizados para leches con un alto contenido en grasa y donde se quiera obtener una baja viscosidad). La presión de operación de la bomba que se utiliza para homogeneizar la leche va desde 3 bares hasta los 100-250 bares, ya que depende del producto a emplear, y se mantiene constante durante el proceso. En el caso de emplear una segunda etapa, se emplearía para producir una mejor homogeneización, deshaciendo los grumos que se hayan formado en la primera etapa.

Cuando se realiza el secado por atomización de la leche a nivel industrial, depende del número etapas a emplear, siendo tres el número de etapas máximo.

Una etapa.

Formado por maquina empleada para el secado por atomización y el transporte del polvo de manera neumática. La leche obtenida del homogeneizador es bombeada al atomizador y entrará a la cámara de secado. De manera simultánea se introducirá aire caliente a temperaturas desde los 180 hasta los 280 °C, evaporando de manera instantáneamente el contenido en agua de la leche. A la salida de la cámara estará la entrada del ciclón principal, donde se separa el aire y el polvo obtenido (que a su vez se enfría), finalmente enviado a un ciclón separador y llevado a una tolva donde se realizará el envasado. (Guardiola, 2015).

Dos etapas.

Similar a la de una etapa, teniendo como diferencia el tipo de transporte, siendo en fluidizado en vez de neumático.

Una vez que el polvo sale de la cámara de secado, su contenido en agua ronda entre un 6-8 %. Sin embargo, se debe disminuir a valores inferiores de 5 % de humedad, según indica el real decreto 1054/2003, en la norma de calidad para determinados tipos de leche conservada parcial o totalmente deshidratada destinados a la alimentación humana.

Se emplean vibrofluidizadores como mecanismo de transporte del producto obtenido del secadero, y a su vez lo enfría. Se obtiene una temperatura de salida del producto entre unos 10 y 15 °C, generando un secado más suave, pero un mayor contenido de humedad. El rendimiento de la cámara aumenta debido a aumento de la diferencia de temperaturas. El polvo obtenido descenderá a la zona de secado del vibrofluidizador, empleándose como mecanismo de transporte, además de enfriar el producto obtenido del secadero. Una vez finalizado el proceso, el polvo será tamizado y se envasará.

Tres etapas.

Se produce el enfriamiento y el secado final en otro equipo distinto. Se pueden dar dos modelos de secado por tres etapas: Atomizadores con lecho fluidizado integrado o atomizadores con cinta integrada. (Guardiola, 2015).

La siguiente figura muestra una imagen del procesamiento general de una planta industrial de producción de leche en polvo.

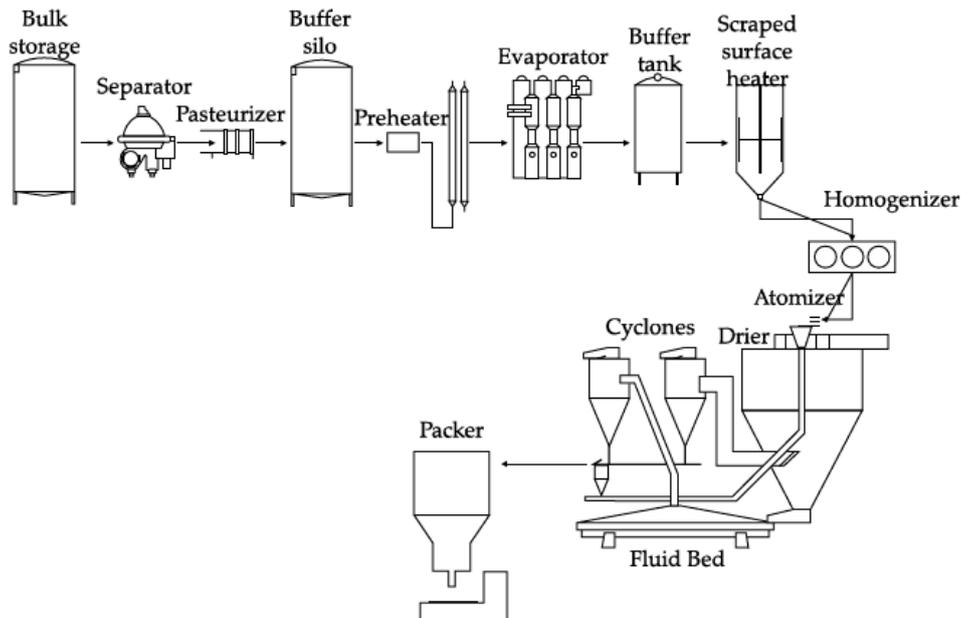


Figura 1.2.2.6. Procesamiento de la leche en polvo a nivel industrial.

1.2.3. Estabilidad al almacenamiento de la leche en polvo.

A lo largo del procesamiento de la leche y su almacenamiento, tiene lugar la oxidación lipídica, la cual produce unos sabores y olores específicos que indican la rancidez del producto (generando un rechazo a la hora de ingerirse), y en el caso de que se consumieran los compuestos de oxidación no volátiles, provocaría un impacto perjudicial en la seguridad de los alimentos, además de la calidad nutricional.

Existen distintas variables que pueden ayudar a que se produzca la oxidación lipídica, siendo principalmente el grado de insaturación, existencia de prooxidante y antioxidantes, temperatura y la disponibilidad de oxígeno. En el caso de la leche, se profundiza en mayor medida debido a que la propia leche y sus distintos productos lácteos (fórmulas infantiles y leche en polvo) forman sistemas heterogéneos, donde dentro la matriz, formada por proteínas e hidratos de carbono, se encuentran los glóbulos de grasa.

Es complicado estimar el efecto que produce un factor determinado en relación con la oxidación lipídica global debido a que una parte interviene de manera simultánea o están vinculadas. Por lo tanto, los factores se clasifican de 2 maneras.

Intrínsecos: Factores que ocurren a consecuencia de la forma en la que este constituida los lípidos. En la tabla 1.2.3.1. se explicará el efecto que produce algunos factores intrínsecos (García, 2018).

Tabla 1.2.3.1. Efectos que producen los factores intrínsecos.

FACTOR	EFEECTO
Prooxidante	La presencia de ciertos metales de transición como el hierro o el cobre agiliza la oxidación de los ácidos grasos a causa de formar radicales, ya que se crean complejos de transición.
Antioxidante	Ralentiza el efecto de oxidación a través de antioxidantes primarios (detienen la reacción que se produce en cadena con los radicales libre gracias al aporte de electrones y átomos de hidrógeno) y secundarios (retrasan la oxidación a través de distintos mecanismos, además de incrementar el efecto de los antioxidantes primarios).

Grado de insaturación	Dependiendo de la posición del doble enlace y el grado de insaturación del ácido graso, la velocidad de oxidación será distinta. Sin embargo, en el caso de que se componga de diferentes ácidos grasos, el de mayor grado de insaturación será el que determine la velocidad.
-----------------------	--

Extrínsecos: Factores que ocurren independientemente de la constitución de los lípidos. En la tabla 1.2.3.2. se explicará el efecto que produce algunos factores extrínsecos (Chávez, 2007; García, 2018).

Tabla 1.2.3.2. Efectos que producen los factores extrínsecos.

FACTOR	EFEECTO
Temperatura	Al generarse un aumento de temperatura, se produce una aceleración en la oxidación de los ácidos grasos. Sin embargo, una disminución de la temperatura tampoco impediría que se produjera debido a que no se requieren altos niveles de energía para que se realice la oxidación.
Luz	Tanto las radiaciones ultravioletas como la luz visible (hasta llegar a una longitud de onda de 540 nm) fomenta la generación de radicales libres, provocando que se acelere la autooxidación.
Oxígeno	La velocidad de oxidación depende de la concentración y la presión parcial de oxígeno. En el caso donde la presión parcial supere los 100 mm Hg, la cantidad de oxígeno no determina la velocidad, pero si es inferior a la presión mencionada, pueden existir 2 casos, si la concentración de oxígeno es alta (interviene notablemente en la oxidación) o insuficiente (depende de la presión parcial).

En los sistemas heterogéneos, se encuentran otros factores (incluyendo los mencionados anteriormente) que se deberán tenerse en cuenta en casos como la leche en polvo o las emulsiones.

Los lípidos existentes en la leche en polvo forman glóbulos o gotículas que están recubiertos por los distintos compuestos que componen la leche (hidratos de carbono, proteínas, etc.) dificultando el análisis de la oxidación a causa de la influencia de los factores añadidos como el tamaño de partícula, distribución parcial de los lípidos en el

interior y la superficie de las partículas, actividad del agua, tamaño de los glóbulos de grasa.

El agua puede generar modificaciones en la estructura de la leche en polvo, provocando un cambio de una manera u otra en la interacción del oxígeno con los compuestos que son susceptibles. Los productos lácteos en polvo forman algunas veces una estructura metaestable capaz de aguantar la temperatura y la humedad, siendo carentes del efecto plastificante. No obstante, la acción de elevar la temperatura y la de agregar agua, provoca el fenómeno del colapso (reducción de volumen a través de un incremento en el movimiento de los componentes, causando una reestructuración).

En la leche en polvo, la lactosa se encuentra relacionada con el fenómeno del colapso, que se produce a través del traspaso de agua desde la región amorfa hasta la región cristalina. Dependiendo de cómo se halla realizado el proceso de secado y el contenido de humedad que existe cuando se almacena, podremos obtener una estructura amorfa o cristalina de la lactosa. Con el fin de que se no se produzca la oxidación lipídica, es importante obtener una estructura cristalina, ya que no permite que el oxígeno se mueva libremente por la matriz y no interaccione con los ácidos grasos. Sin embargo, si se obtuviera una estructura amorfa, la matriz tendría espacios libres y el oxígeno podría atravesar la matriz para producir la oxidación (García, 2018).

2. OBJETIVOS.

El consumidor es cada vez más exigente con la calidad de lo que compra. Así, las empresas se encuentran con la necesidad de conseguir mejorar las formulaciones de sus productos de forma continua. En el caso de la leche en polvo su calidad viene ligada fundamentalmente con el mantenimiento de sus propiedades nutricionales (vitaminas A, B, C, D, E y K, carotenos, folatos, retinol, proteínas, ácidos grasos). Además, parámetros como su facilidad de solubilización y sabor son fundamentales.

La leche en polvo se fabrica industrialmente mediante secado por atomización de leche concentrada. Se trata de una importante operación industrial cuyos fundamentos son comunes y aplicables a multitud de sectores, además del alimentario, como pueden ser el cerámico, químico o farmacéutico.

El objetivo principal en este Trabajo Fin de Grado es obtener microencapsulados de leche entera de vaca en polvo de alta calidad, con un equipo de secado por atomización a escala laboratorio Büchi mini Spray Dryer B-290. Se debe conseguir leche en polvo microencapsulada con alta eficiencia, de forma que sus compuestos activos como son los lípidos, no se oxiden con el tiempo y la leche pierda por tanto sus cualidades organolépticas. Los agentes de recubrimiento serán las proteínas y los hidratos de carbono de la leche. Puesto que también hay que evitar que se produzca la desactivación térmica de sus importantes compuestos bioactivos se va a prestar una especial atención a la operación a bajas temperaturas (80 °C). Al trabajar a bajas temperaturas habrá que abordar los contenidos técnicos necesarios para conseguir que las muestras de leche en polvo obtenidas cumplan especificaciones, como puede ser el bajo contenido de humedad final que debe tener la leche en polvo comercial (<5 %). Adicionalmente, el secado a baja temperatura evita un consumo energético elevado. También hay que conseguir que la leche en polvo sea suficientemente soluble y estable al almacenamiento.

Para cumplir este objetivo global habrá que abordar diferentes objetivos parciales,

- Preparar leche concentrada a una concentración elevada (25 %) a partir de leche en polvo entera de vaca, para poder usarse como alimentación en la obtención de leche en polvo. Dicha concentración es la usada a nivel industrial.
- Colorear la fase grasa de la leche para comprobar la eficiencia de la microencapsulación una vez realizado el secado por atomización de la leche. Una baja coloración de la leche en polvo significará una eficiente microencapsulación pues la fase grasa estará situada en el interior y protegida de la oxidación atmosférica.

- Conocer las mejores condiciones de atomización de la boquilla de dos fluidos que utiliza el equipo de secado por atomización. Dichas condiciones deben conseguir un ángulo de cono de atomización pequeño ($<30^\circ$) para evitar que el chorro choque con las paredes de la cámara de secado.
- Seleccionar las mejores condiciones de operación que serán introducidos en el equipo a escala laboratorio del secador por atomización (BÜCHI B-290). Se estudiarán factores como la temperatura de secado por atomización y los caudales de entrada de leche a la boquilla de atomización. Estos factores afectan a la velocidad de secado, al tamaño de las gotas atomizadas, y a su contenido en sólidos. Se determinará el rendimiento del secado por atomización en las distintas condiciones para conocer la productividad de leche en polvo microencapsulado obtenida. También se medirá la temperatura de salida del polvo de la cámara de secado. Ambos datos servirán para conocer los mejores parámetros de operación que den la máxima productividad y la mínima temperatura de salida.
- Se caracterizarán las distintas leches en polvo fabricadas determinando los parámetros físicos del producto: densidad aparente, densidad compacta, y contenido de humedad, comparándolos con los de la leche en polvo comercial.
- Finalmente se estudiará como índice de solubilidad la facilidad de reconstitución de las muestras, y la estabilidad al almacenamiento del polvo a temperatura ambiente y en oscuridad durante 4 meses.

3. MATERIALES Y MÉTODOS.

3.1. Productos químicos.

Colorantes.

Azul brillante (ROHA, Valencia, España), Riboflavina (Vitamina B12) (Sancolor, Barcelona, España), Beta-caroteno (Sigma-Aldrich, Madrid, España), Rojo aceite O (Oil Red O) (Sigma-Aldrich, Madrid, España).

Disolventes y agua.

Acetona pura (PanReac, Barcelona, España), Etanol (Merck, Madrid, España), Isopropanol (PanReac, Barcelona, España).

Agua desionizada (obtenido del sistema de purificación de agua Elix tipo 3, Merck, Madrid, España).

Otros productos.

Leche entera 1,5 L (Central Lechera Asturiana, comprada en un supermercado local).

Leche entera en polvo (Central Lechera Asturiana, comprada en un supermercado local).

3.2. Métodos.

3.2.1. Homogeneización de la leche.

Se realizaron dos tipos de ensayos para la homogeneización de la leche en polvo: un agitador magnético Agimatic (Selecta, Barcelona, España) y un homogeneizador IKA T-25 (Ultra-turrax, T-25, IKA, Staufen, Alemania). En ambos casos se adicionaba la leche en polvo de forma paulatina.



Figura 3.2.1.1 Homogeneizador IKA T-25.



Figura 3.2.1.2. Agitador magnético.

3.2.2. Determinación del contenido en sólidos de la leche.

Para comprobar el contenido en sólidos, utilizaremos un refractómetro de mano PAL-a (Atago, Saitama, Japón) que determinará los grados Brix de las distintas leches.



Figura 3.2.2.1 Refractómetro de mano.

3.2.3. Tinción de la leche y separación de las fases.

Para teñir la fase acuosa de la leche se empleará el colorante azul brillante (E-133, colorante sintético) debido a que es soluble en agua, mientras que en aceites vegetales o animales no es capaz, por lo que no coloreará la grasa de leche. Para preparar el colorante utilizaremos azul brillante al 5% y se diluirá en agua destilada hasta conseguir una disolución al 0,5% de azul brillante. Utilizaremos 1 ml de azul brillante al 5% y 9 ml de agua destilada para conseguir 10 ml de este colorante diluido.



Figura 3.2.3.1. Colorantes empleados.

Para teñir la fracción grasa de la leche se utilizaron tres colorantes sólidos distintos: beta-caroteno (E-160a, colorante sintético o natural), riboflavina (E101i, sintético o natural) y rojo aceite O (C.I: 26125) disuelto en un disolvente. La cantidad de colorante a utilizar se pesó con una balanza de precisión (Sartorius M-pact, Gotinga, Alemania).

Para realizar la tinción de leche, antes de aplicarse el colorante, se colocaron los 100 ml de leche (medido previamente en una probeta de 100 ml) a temperatura ambiente (20 °C) en un vaso de precipitado, introduciéndose un núcleo de agitación dentro del vaso, y llevándose a un agitador magnético con calefacción, siendo la velocidad de giro de 600 rpm.

Para discernir si los colorantes han sido atrapados durante la coloración de la leche por las distintas fases (a simple vista no se puede), se realizó el ensayo de descremado utilizando una centrifuga.



Figura 3.2.3.2. Centrifuga HELMET Z 383 K.

Se empleó la centrifuga mostrada en la figura 3.2.3.2 (HERMLE Z 383 K, Hermle LaborTechnik, Wehingen, Alemania). para el proceso de descremado. La fuerza centrífuga, provoca la separación de la grasa del resto de componentes de la leche (hidratos de carbono, vitaminas, proteínas, etc.), pudiéndose conseguir distintos grados de descremado usando diferentes condiciones de centrifugación.

Se colocaron las muestras de leche entera, una vez pesadas en la balanza y ya coloreadas, dentro de los tubos de centrifuga. El rotor (donde irán los tubos) irá unido al eje, que se encuentra en la cámara de centrifugación, enroscándose con una llave de Allen en dirección contraria a las agujas del reloj. Ya colocado el rotor, se introducirán de manera diagonal los tubos con un mismo peso, para equilibrar el rotor y evitar que

los tubos salgan disparados (Figura 3.2.3.3.). Finalmente se colocará la tapa del rotor, y una vez preparado todo, iniciaremos la centrifugación.

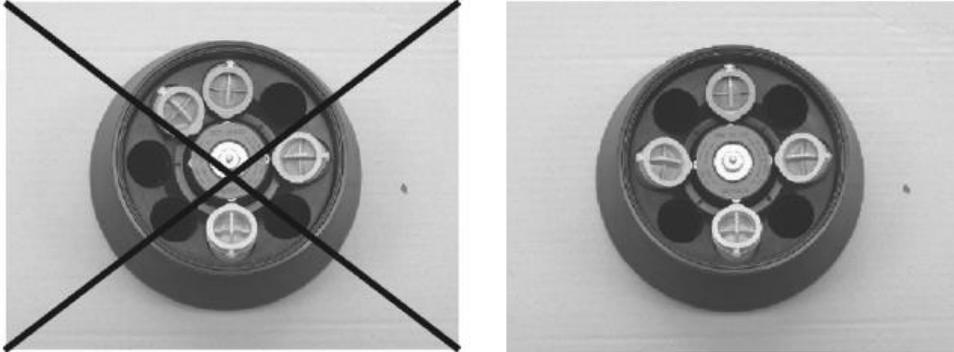


Figura 3.2.3.3. Colocación de los tubos en el rotor.

Los parámetros aplicados durante la centrifugación fueron las revoluciones que giraría el rotor, la temperatura y el tiempo de centrifugación. En el caso de la temperatura se marcó un valor de 30 °C, las revoluciones del rotor se variaron entre 6000 y 10000 rpm y se estimó un tiempo entre los 15-30 minutos de operación.

3.2.4. Obtención de leche en polvo mediante secado por atomización.

El dispositivo empleado en el laboratorio para realizar el secado por atomización fue el BÜCHI Minispray dryer B-290, perteneciente a la casa de BÜCHI Labortechnik AG (líder a escala laboratorio de secadores por atomización, Flawil, Suiza).

Para realización del proceso, pondríamos en marcha diversos aparatos que estarían relacionados con el secador por atomización. Lo primero de todo es ir a la caja de contadores y encender los botones que suministran electricidad, tanto al BÜCHI B-290 como a los demás componentes, para su funcionamiento. Dichos botones se encuentran en la parte inferior de la caja de contadores.

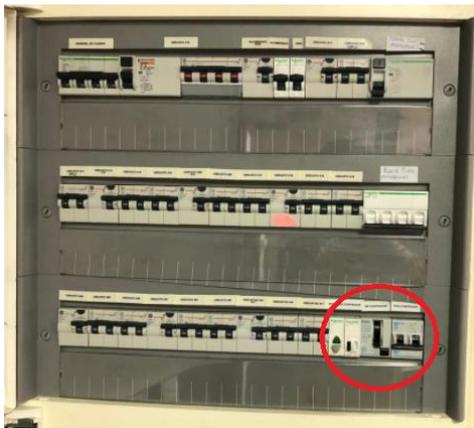


Figura 3.2.4.1. Caja de contadores e interruptores a encender.

Una vez que los equipos estén suministrados de electricidad iniciaremos la operación de los equipos.

En primer lugar, se pone en marcha el equipo que comprime y deshumidifica aire (está situado fuera del edificio). El aire cogido de la calle será enviado al compresor y deshumidificador, donde se encargará de eliminar la humedad que existe en el aire mediante el enfriamiento de este. El compresor, exento de aceite, se ajusta a 10 bares. Para permitir el paso del aire seco, debemos abrir la válvula que se encuentra en el laboratorio encima del dispositivo y ajustaremos la presión del aire a través de otra válvula fijándonos en el manómetro para obtener la presión requerida (4 bar).



Figura 3.2.4.2 Válvula del flujo de aire.



Figura 3.2.4.3. Manómetro del compresor.

El aire seco y comprimido será enviado al BÜCHI B-290 y a través de un rotámetro, que se encuentra incorporado en el equipo. Así, regularemos el caudal de aire que saldrá por la boquilla de la tobera de atomización.



Figura 3.2.4.4. Rotámetro.

A continuación, se pone en marcha un segundo deshumidificador de aire (que se encuentra debajo de la mesa del laboratorio), que llevará aire seco al BÜCHI mientras que el agua eliminada será enviada a un recipiente para su recolección. El caudal de aire se monitoriza con sendos rotámetros y permitirá conocer el caudal de aire de secado que entra en la cámara de secado.



Figura 3.2.4.5. Equipo de deshumidificación del aire.

A continuación, se pondrá en marcha el equipo de secado por atomización BÜCHI B-290. Lo primero de todo es encender el equipo y comprobar que el suministro de aire llega correctamente. El siguiente paso será modificar los parámetros con los que trabajará el secador por atomización.



Figura 3.2.4.6. Parámetros de control del BÜCHI B-290.

Como se observa en la figura 3.2.4.6., los parámetros que podemos modificar cuando realicemos los experimentos serán:

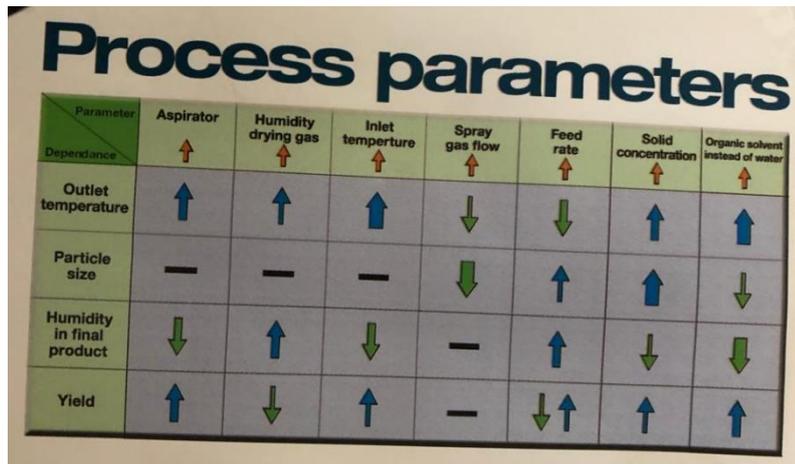
Temperatura de entrada (25-220 °C): Temperatura con la que saldrá el aire seco del atomizador hacia la cámara de secado.

Aspiración (50-100 %): Caudal de entrada de aire a la cámara de secado

Bomba (0-100 %): Parámetro que marcará el caudal de entrada de la disolución. Se emplea una bomba peristáltica para introducir la disolución en el atomizador mediante un tubo de goma y su caudal será calculado a través del volumen de disolución empleado durante un periodo de tiempo.

Limpiador de boquilla: Además, existe un limpiador de la boquilla que vendrá dada por un pulso en ciertos intervalos de tiempo para evitar que la boquilla se ensucie y no permita la atomización.

Para operar el equipo el primer parámetro que se enciende es la aspiración, después la calefacción y por último la bomba que introduce el fluido. Se debe tener en cuenta que la respuesta del sistema no es instantánea, por lo que antes de iniciar los ensayos, se tiene que calentar la cámara de secado, y solo entonces se pondrá en marcha la bomba de entrada de líquido. En nuestro caso el fluido empleado fue leche comercial entera.



The chart shows the relationship between various process parameters and their dependence on other factors. The parameters are: Aspirator, Humidity drying gas, Inlet temperature, Spray gas flow, Feed rate, Solid concentration, and Organic solvent instead of water. The dependences are: Outlet temperature, Particle size, Humidity in final product, and Yield.

Parameter	Aspirator	Humidity drying gas	Inlet temperature	Spray gas flow	Feed rate	Solid concentration	Organic solvent instead of water
Outlet temperature	↑	↑	↑	↓	↓	↑	↑
Particle size	—	—	—	↓	↑	↑	↓
Humidity in final product	↓	↑	↓	—	↑	↓	↓
Yield	↑	↓	↑	—	↓	↑	↑

Figura 3.2.4.7. Parámetros de entrada y salida del BÜCHI B-290.

En la figura 3.2.4.7., se indican los parámetros que se pueden seleccionar en el equipo para el proceso de secado por atomización (caudal de aspiración, temperatura de entrada del aire de secado, flujo de aire de atomización, y caudal de entrada de alimentación), los cuales modificaremos para conseguir el producto querido.

Podemos observar el valor a tiempo real de la temperatura del aire a la entrada de la cámara de secado gracias a un sensor que se encuentra incorporado en la parte alta de la cámara de secado. También se muestra en la figura 3.2.4.8. la respuesta de temperatura de salida de la cámara de secado. Este sensor se encuentra en la parte que une el final de la cámara con el ciclón, pudiéndose saber con qué temperatura sale el polvo.



Figura 3.2.4.8. Respuesta del sensor de temperatura.

Finalizado el ensayo, se cambiará la leche comercial por agua destilada para realizar la limpieza de la boquilla. A continuación, se apagará la bomba de entrada y se desconectará la calefacción. Esto se debe a que, si se parase simultáneamente el funcionamiento de la aspiración, el vidrio caliente de la cámara de secado podría estallar debido al cambio brusco de temperatura, por lo que debe bajar su temperatura de manera gradual. Cuando haya alcanzado un valor de temperatura inferior de 40 °C, se podrá apagar la aspiración y empezar a desmontar el equipo para su limpieza.

El polvo obtenido durante el proceso de secado por atomización ha sido enviado a un recipiente para su recolección, que se encuentra situado a la salida del ciclón. Se utilizará una escobilla para recolectar la parte del polvo que se ha adosado en las paredes del ciclón y no han podido ser recogidas en el vaso de recolección.

Sin embargo, el polvo que se ha quedado adosado en las paredes y en el fondo de la cámara de secado no se recogería debido que son partículas de mayor tamaño que han caído por tener un mayor peso, mientras que las muestras que deseamos obtener tienen que ser partículas finas.



Figura 3.2.4.9. Recogida del producto en polvo.

Una vez recogida se pesa la muestra y se guarda, se limpia el recolector, el ciclón y la cámara de secado y se vuelven a ensamblar para poder realizar los próximos ensayos.



Figura 3.2.4.10. Muestra recolectada.

Las muestras en polvo obtenidas se fotografiaron dentro de una cámara de visión de color (Verivide, Leicester, UK) utilizando lámparas de iluminante D65.

Para calcular el rendimiento del proceso, aplicaríamos el siguiente criterio:

$$\eta = \frac{P_{muestra}}{P_{teórico}} * 100$$

Donde:

$P_{muestra}$ → Peso del polvo obtenido (g).

$P_{teórico}$ → Peso del contenido en sólidos teórico de la leche entera UHT del ensayo (g).

3.2.5. Medidas de densidad de la leche en polvo.

Densidad aparente.

Para la medición de la densidad aparente se utilizó una cuchara con un volumen fijo y conocido, y se enrasó de polvo de las muestras de leche en polvo sin compactarla mediante presión. La densidad aparente es la relación entre la masa y el volumen que ocupa sin presionarla.

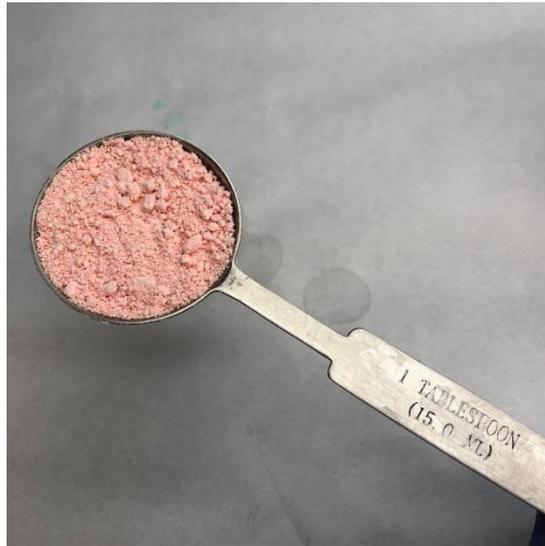


Figura 3.2.5.1. Medición de la densidad aparente.

Se realizaron 6 medidas para cada experimento, y a través de métodos estadísticos utilizados en Excel, se calculó la densidad de las muestras con intervalo de confianza del 95 %.

Mediante la siguiente expresión, se calculó la densidad aparente de las distintas muestras.

$$D_a = \frac{P_p}{V_c}$$

Donde:

D_a → Densidad aparente (g/ml).

P_p → Peso del polvo contenido dentro de la cuchara (g).

V_c → Volumen de la cuchara (ml).

Densidad compacta.

Con el fin de conocer la densidad compacta de las muestras del polvo se empleó una probeta de 10 ml. Se pesa en la probeta una cantidad de polvo y a través de la vibración que provocamos al golpear la probeta generamos la eliminación de los huecos existentes en el polvo, compactando el polvo sin aplicar presión. Se llena hasta aproximadamente 8 ml.

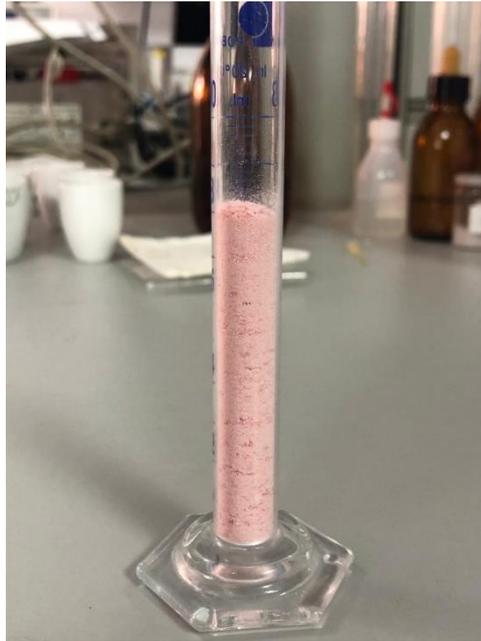


Figura 3.2.5.2. Medición de la densidad compacta.

Mediante la siguiente expresión, se calculó la densidad compacta de las distintas muestras.

$$D_c = \frac{P_p}{V_p}$$

Donde:

D_c → Densidad compacta (g/ml).

P_p → Peso del polvo introducido en la probeta (g).

V_p → Volumen del polvo en la probeta (ml).

3.2.6. Determinación del contenido de humedad de las muestras de leche en polvo.

Las muestras obtenidas durante los experimentos fueron enviados a una estufa a una temperatura de 100 °C (Selecta, Barcelona, España) durante 24 horas para eliminar el contenido de humedad restante que no se evaporó durante el secado por atomización.

Para conocer el contenido de humedad que existía en las muestras que se consiguieron durante el secado por atomización, se calculó el tanto por ciento en humedad a través de la siguiente expresión:

$$\% \text{ de humedad} = \frac{P_p - P_{ps}}{P_p} * 100$$

Donde:

P_p → Peso del polvo obtenido tras el secado por atomización y puesto a secar (g).

P_{ps} → Peso del polvo después de secarse en la estufa (g).

3.2.7. Reconstitución de las muestras de leche en polvo.

Las muestras de leche en polvo obtenida durante el secado por atomización se reconstituirían para conseguir un contenido en sólidos totales similar al de la leche entera comercial utilizada. Para ellos se pesaron 1,2 g y se llevaron a 10 ml con agua desionizada. La etiqueta de la leche entera comercial nos indicaba que la composición de sólidos es de 11,5 g/100 ml (1,15 g/10 ml; 11,4 ° Brix). Las indicaciones para la reconstitución de la leche en polvo comercial indican una dosificación de 1,3 gramos en 10 ml.

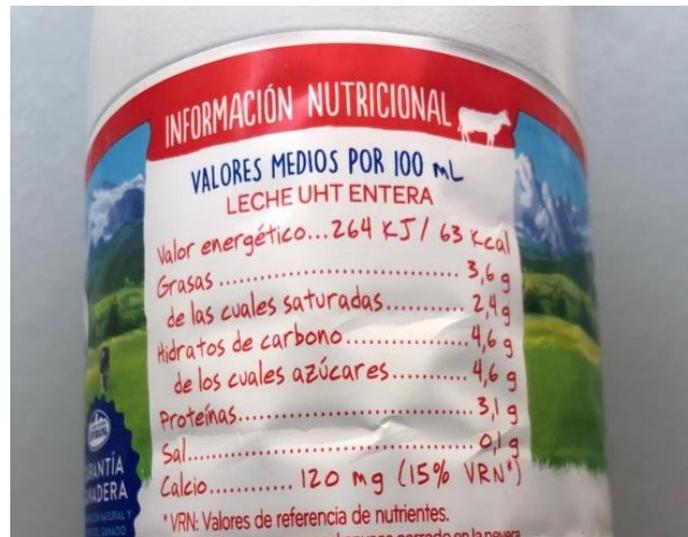


Figura 3.2.7.1. Composición de la leche entera utilizada.

3.2.8. Estabilidad del polvo obtenido.

Para determinar si las muestras obtenidas se estropean durante un largo periodo tiempo se dejaron expuestas al ambiente del laboratorio en un lugar donde no le dio la luz. Se

guardó la muestra el 17 de julio de 2020 y se pesó el 24 de septiembre de 2020, siendo un periodo de 69 días de conservación.

Para calcular la cantidad de agua absorbida por la humedad del ambiente, utilizamos la siguiente expresión:

$$\% \text{ de humedad conseguido} = \frac{P_{ps} - P_{pa}}{P_{ps}} * 100$$

Donde:

P_{pa} → Peso del polvo antes del almacenamiento (g).

P_{ps} → Peso del polvo después del almacenamiento (g).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

4.1. Homogeneización de la leche.

Para obtener leche en polvo mediante secado por atomización, tal y como se hace a nivel industrial, se plateó primeramente partir de leche concentrada con un mayor contenido en sólidos (25 %), superior al de la leche entera comercial (11,5 %).

Por tanto, se preparó leche al 25 % a partir de leche en polvo comercial, y se homogeneizó en tres ensayos con diferentes equipos:

- Varilla (agitación manual, 22 °C).
- Agitador magnético (600 rpm, 22 °C).
- Homogeneizador Ultraturrax T-25 (10.000 rpm, 22 °C).

Durante el uso de la varilla, se vio que no sería una manera efectiva de homogeneizar la leche, debido a que se formaban pequeños grumos alrededor de la varilla y por la superficie interna del vaso de precipitado, además de aplicarse una baja velocidad de agitación, descartándose su uso para homogeneizar.

Para el caso del agitador magnético, se consiguieron resultados favorables, ya que no se identificaban la existencia de grumos, a diferencia de la varilla. Sin embargo, la aplicación de este método no rompía los glóbulos de grasa, dando como resultado grandes glóbulos de grasa y un color amarillento en la leche (ver Figura 4.1.1).

En el ensayo donde se utilizó el homogeneizador, se observó que tampoco se formaban grumos de leche, pero se generaba espuma en la superficie. Al usarse el homogeneizador, los glóbulos de grasa de la leche se rompían, generando glóbulos muy pequeños y un color blanquecino en la leche.



Figura 4.1.1. Reconstitución de leche en polvo mediante el homogeneizador y el agitador magnético.

Para el experimento que se aplicó el homogeneizador y el agitador magnético, como sistema reconstituyente de la leche, se le midió los grados brix, dando como resultado:

- Homogeneizador → 25. 4º Brix.
- Agitador magnético → 21. 6º Brix.

A partir de la concentración de partida, se determinó que el caso más favorable era aplicando el homogeneizador, ya que se obtenía un valor cercano a la concentración que se determinó. Sin embargo, tanto el empleo del homogeneizador como el agitador magnético se descartaron debido a que, en el primer caso, la formación de espuma provocaba que, al aplicarse el colorante para la fase grasa, se quedara dentro de la espuma y en ambos casos cuando se detenía la agitación parte de la leche sedimentaba en el fondo del vaso de precipitado, deduciéndose una mala homogeneización de la leche.

Como se mencionó en el apartado de la introducción “leche en polvo mediante secado por atomización”, para conseguir una leche concentrada homogénea, la leche de partida, debe ser evaporada y homogeneizada, para conseguir una alta concentración de sólidos totales y tamaño de partícula de bajo tamaño, para evitar que se produzca la decantación, además de dar un color blanco a la leche a causa de la ruptura de las micelas de caseína, las cuales se adosarán a la superficie de los glóbulos de la grasas y generarán una mayor estabilidad en la emulsión y en los procesos oxidativos de la grasa.

Para conseguir leche entera concentrada a partir de leche en polvo, (Kim et al., 2009) usó una mezcla de leche en polvo desnatada y grasa láctica anhídrida con agua desionizada a 50°C para obtener una leche con 26,6% de grasa y 20% de sólidos totales. Se mezcló a través de un UltraTurrax T-25 a 13500 rpm durante 1 min y homogeneizando 6 pasos en un homogeneizador de doble etapa a 2000 psi (137,89 bares). Para eliminar la presencia de burbujas de aire en la leche concentrada, la introdujo en un baño ultrasónico durante 30 min a 50°C.

Por tanto, en nuestro caso, hemos tenido que partir de leche entera comercial para realizar el estudio de secado por atomización al no disponer de un mejor equipo de homogeneización de doble etapa.

4.2. Coloración de la leche.

Con el objetivo de poder visualizar el efecto que tienen los diferentes parámetros empleados en el secado por atomización en las características de la leche en polvo obtenida, se quiere partir de leche coloreada. Se busca teñir la fase grasa (triacilglicéridos) de forma que al conseguir una leche en polvo muy coloreada

significaría que la fase grasa estaría en la parte externa de las partículas y por tanto más expuesta a la oxidación.

Inicialmente se adicionó beta-caroteno en polvo sobre leche entera comercial. Se agregó 5 mg el colorante de una vez sobre 100 mL y se dejó agitando entre 5 y 10 min. Al no colorear la leche, se decidió aumentar la temperatura hasta 40 °C y posteriormente hasta una temperatura máxima de 60 °C, pero no se obtuvo ningún resultado. En la figura 4.2.1 se muestra que la leche no se tiñó, siendo descartado como posible colorante.



Figura 4.2.1. Tinción de la leche con beta-caroteno.

Se realiza el mismo procedimiento cambiando el colorante por riboflavina. A temperatura ambiente, la riboflavina no se solubiliza en la leche, por lo que se aumentó la temperatura hasta 40°C. A dicha temperatura, la riboflavina empieza a infundirse en la leche, pero lo colorea parcialmente (ver Figura 4.2.2), requiriendo una mayor cantidad de colorante. Aun así, se descarta como colorante.



Figura 4.2.2. Tinción de la leche con riboflavina.

Finalmente se optó por utilizar rojo aceite O conocido por teñir los triacilglicéridos. Para ver su solubilidad se probaron distintos disolventes: etanol al 96 %, isopropanol y acetona pura. Durante los ensayos, se utilizó la misma cantidad de rojo aceite O (50 mg) y de disolvente (6 ml), y una vez disuelto, se adicionó 4 ml de agua, para obtener una concentración final de 5 mg/mL. A primera vista, se observa como en el etanol, no se disuelve el colorante y para el caso del isopropanol se disuelve parcialmente, dejando un rastro de colorante en forma sólida, mientras que para la acetona se disuelve totalmente, sin embargo, al añadir agua, el color transparente obtenido cambia a un color rojo crema opaco.

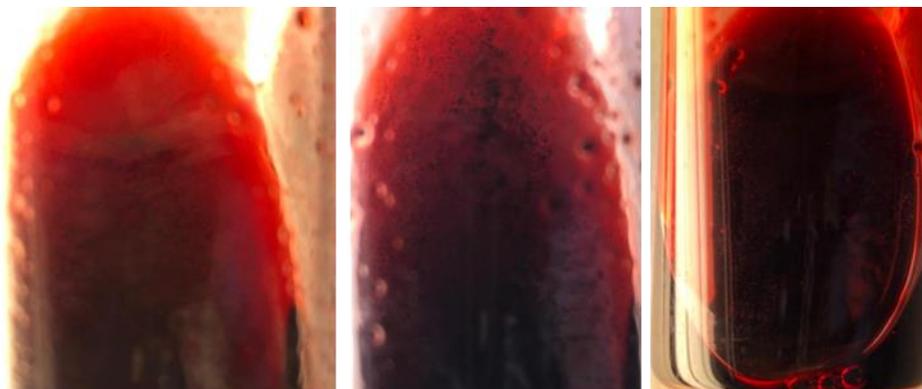


Figura 4.2.3. Disolución del colorante en distintos disolventes: acetona, etanol, isopropanol.

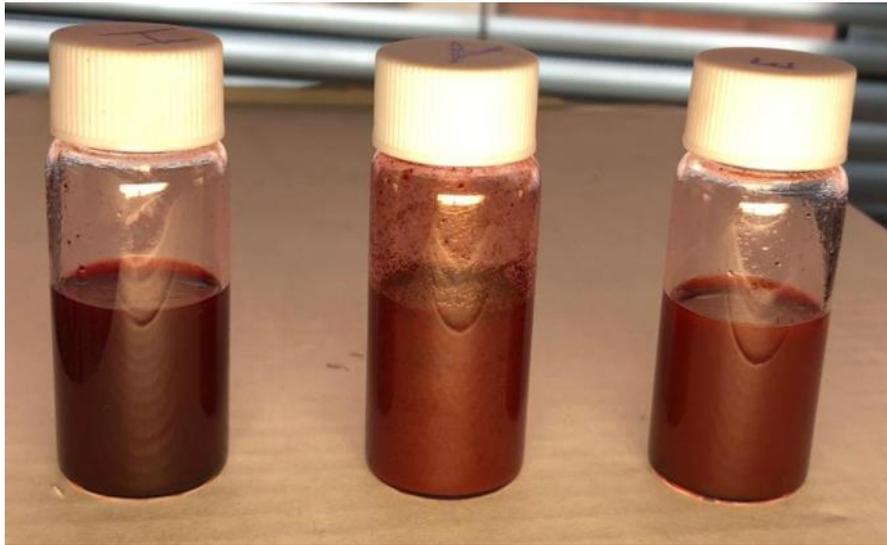


Figura 4.2.4. Adición de agua a los colorantes disueltos en acetona, etanol, isopropanol.

Se concluyó que el disolvente para el rojo aceite sería la acetona pura sin añadir agua. Aun así, es necesario añadir la menor cantidad de acetona colorada a la leche, a causa de que, si agregamos una cantidad alta de acetona en la leche, cambiaremos la composición de la leche, y no cumpliremos las condiciones del producto. Se realizaron distintos ensayos para conseguir una alta concentración de rojo aceite O en acetona pura sin que exista materia sólida depositada en el fondo, consiguiéndose una concentración máxima de 10 mg de rojo de aceite O en 1 mL de acetona pura (10 mg/ml).

El empleo del colorante rojo aceite O disuelto en acetona genera un resultado efectivo a la hora de colorear la leche, sin necesitar ningún aporte de calor externo para aumentar la solubilidad. Aunque se debe tener en cuenta la forma de introducir el colorante, ya que puede generar coágulos de nata en la leche, por lo que se debe agregar paulatinamente para evitar su formación. Se adiciona 0,1 mL en 100 mL, es decir 10 mg a cada litro de leche.



Figura 4.2.5. Tinción de la leche con rojo aceite O.

4.2.1. Descremado.

Una vez que se seleccionó el colorante a utilizar para teñir la fase grasa, se quiso comprobar que esto era así y se teñía exclusivamente esta fase.

Se realizó un primer ensayo a 6.000 rpm, 15 min, 30 °C, y coloreando con rojo aceite O (10 mg por litro de leche). Como se observa en la figura 4.2.6 tras el descremado todavía no se han separado las dos fases, y la fase acuosa queda teñida de color rojo.



Figura 4.2.1.1. Centrifugación de la leche teñida con Rojo aceite O.

En un segundo ensayo se aplicaron colorantes en ambas fases para observar la separación de los colores, que estaban mezclados, en cada una de las fases. Para colorear la fase acuosa se utilizó azul brillante 0,5 % (5 mg/ml), adicionando 100 μ L por cada 100 mL de leche, es decir 5 mg por litro de leche. La tonalidad de la leche era morada, propio de la mezcla de colores azul y rojo.

En este nuevo ensayo se realizó un descremado de mayor duración, utilizando 6.000 rpm, 30 min, 30 °C. El resultado (Figura 4.2.1.2.) fue que se produjo una separación de los colores. Aun así, una pequeña parte de la fase grasa se quedó en el fondo del tubo y no hubo tiempo suficiente para que la fase grasa ascendiera a la parte superior. Probablemente con una mayor velocidad se habría conseguido una mejor separación.



Figura 4.2.1.2. Centrifugación de la leche teñidos con colorantes de ambas fases.

El colorante rojo aceite O solo tiñe la fase grasa, tal y como se esperaba, por lo que en el resto de la experimentación se coloreará exclusivamente la fase grasa con él.

4.3 Secado por atomización de la leche.

4.3.1 Selección de las condiciones de atomización.

El primer paso es seleccionar las correctas condiciones de atomización por lo que se plantearon una serie de ensayos en los que utilizando agua se fotografiaron los chorros de atomización que se conseguían con diferentes caudales de agua de entrada (5, 10 y 20 %) (2,5, 4,5 y 8,0 ml/min) y caudales de aire de atomización (2, 3, 4 y 5 cm; 250, 350, 475 y 600 L aire/h, respectivamente). Como se muestra en la figura 4.3.1.1 el ángulo de atomización dependerá de la presión de aire ejercida, ya que a un ángulo grande, la muestra a atomizar, chocara con las paredes de la cámara de secado, sin embargo, a un

ángulo muy pequeño de atomización, provocará que el caudal de entrada de la muestra a atomizar, choque con en el fondo, por lo que se buscará una relación entre el caudal a atomizar y la presión del aire para que se produzca el mínimo contacto del polvo en la cámara de secado. Con caudales de aire de atomización de 3 cm el cono de atomización es demasiado abierto y por tanto chocaría con las paredes de la cámara de secado. Esto se observa con los tres caudales de agua ensayados. Con caudales de aire de 5 cm el cono es demasiado cerrado y podría alcanzar la parte baja de la cámara de secado. Se selecciona por tanto un caudal de aire de atomización correspondiente a la altura del rotámetro de 4 cm (475 L/h), que ofrece buena atomización. Aun cuando la leche tiene mayor viscosidad que el agua debido al contenido en grasa de la emulsión láctea (2 cps) se espera que se haya tomado una decisión acertada. Si el cono de atomización fuera mayor del esperado se subiría el caudal a una altura de rotámetro de 4,5 o 5.

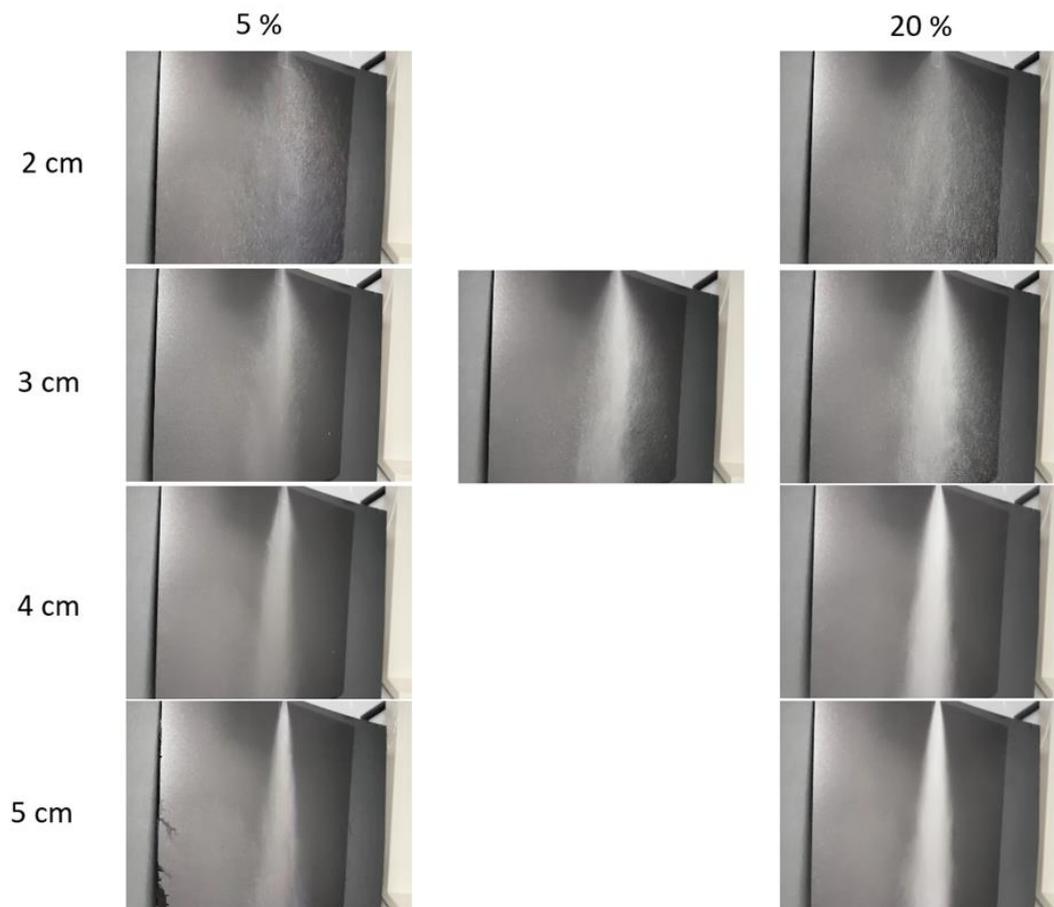


Figura 4.3.1.1. Efecto del caudal y presión del aire en la atomización.

4.3.2 Efecto de la temperatura en el secado por atomización de la leche.

Es necesario entender la importancia de seleccionar el adecuado caudal de líquido de alimentación en relación con la temperatura de secado y caudal de aire que se utilice en la cámara de secado. A partir de un cierto caudal de líquido, la muestra atomizada no tendrá el tiempo suficiente para que se produzca el secado de una manera instantánea, provocando que la muestra no se seque, no se genere el polvo y por tanto las paredes de la cámara de secado se mojan.

La selección de parámetros viene dada por el objetivo marcado en este trabajo de fin de grado de microencapsular la leche a baja temperatura. Tal y como indican algunos autores (Kim et al., 2009), el principio del secado por atomización consiste en eliminar el agua lo más rápido y a una temperatura baja para minimizar los posibles efectos negativos generados en los compuestos presentes en las partículas en polvo obtenidas.

Para conseguir este objetivo de estudio se han realizado seis experimentos y los parámetros que utilizamos para la obtención de la leche en polvo vienen indicados en la Tabla 4.3.2.1. El caudal de aspiración se ha mantenido constante en todos los casos con un valor del 90 %, y se han estudiado dos temperaturas 80 y 160 °C. Mientras que a 160 °C se pudieron ensayar cuatro valores de caudal de entrada (5, 15, 30 y 45 %), a 80 °C solo fue posible ensayar los caudales más bajos (5 y 15 %). Lógicamente, a menor temperatura con los caudales más altos no se consigue el secado de la muestra.

En todos los experimentos se emplearon 300 ml de leche entera UHT (11,5 g/100 ml) con 0,3 ml de colorante rojo aceite previamente preparado en acetona. En cada experimento se obtienen como máximo unos 34,5 gramos de leche en polvo.

Tabla 4.3.2.1. Parámetros empleados en los distintos experimentos.

	Tª de entrada (°C)	% bomba	% Aspiración
Experimento 1	80	5	90
Experimento 2	160	5	90
Experimento 3	80	15	90
Experimento 4	160	15	90
Experimento 5	160	30	90
Experimento 6	160	45	90

Los valores de los parámetros empleados con el equipo se corresponden con los valores reales que se han determinado durante los experimentos, y que mediante la tabla

4.3.2.2. se conocen. Se incluye también en esta Tabla los valores observados de temperatura a la salida de la cámara de secado.

Tabla 4.3.2.2. Valores reales durante los experimentos.

	Tª de entrada (º)	Caudal (ml/min)	Tª de salida (ºC)
Experimento 1	80	2,30	52
Experimento 2	159	2,23	97
Experimento 3	78	6,53	41
Experimento 4	161	6,53	86
Experimento 5	160	11,20	77
Experimento 6	160	15,82	60

En cada uno de los experimentos se determinó el rendimiento en peso de la atomización, y posteriormente se caracterizaron las propiedades de las leches en polvo obtenidas (densidad, humedad, color, reconstitución). Se debe tener en cuenta que a partir de los resultados obtenidos con los parámetros de entrada estudiados, se sacará una hipótesis del efecto que estos tienen sobre las propiedades del producto final.

4.3.3. Rendimiento en peso del secado por atomización.

A partir de los parámetros empleados, se han obtenido distintas cantidades de leche en polvo (tabla 4.3.3.1.) durante el proceso de secado por atomización.

Tabla 4.3.3.1. Peso de las distintas muestras.

	P muestra (g)
Experimento 1	27,87
Experimento 2	30,23
Experimento 3	19,41
Experimento 4	28,35
Experimento 5	24,93
Experimento 6	22,8

A través de la fórmula explicada en el apartado “Obtención de leche en polvo mediante secado por atomización”, se calculó el rendimiento que se obtuvo en cada experimento.

Tabla 4.3.3.2. Rendimiento del secado por atomización.

	η
Experimento 1	80,6
Experimento 2	87,5
Experimento 3	56,2
Experimento 4	82,0
Experimento 5	72,1
Experimento 6	66,0

A partir de ensayos realizados con los valores de caudal y temperatura de operación, se representó en una gráfica su efecto en el rendimiento del secado.

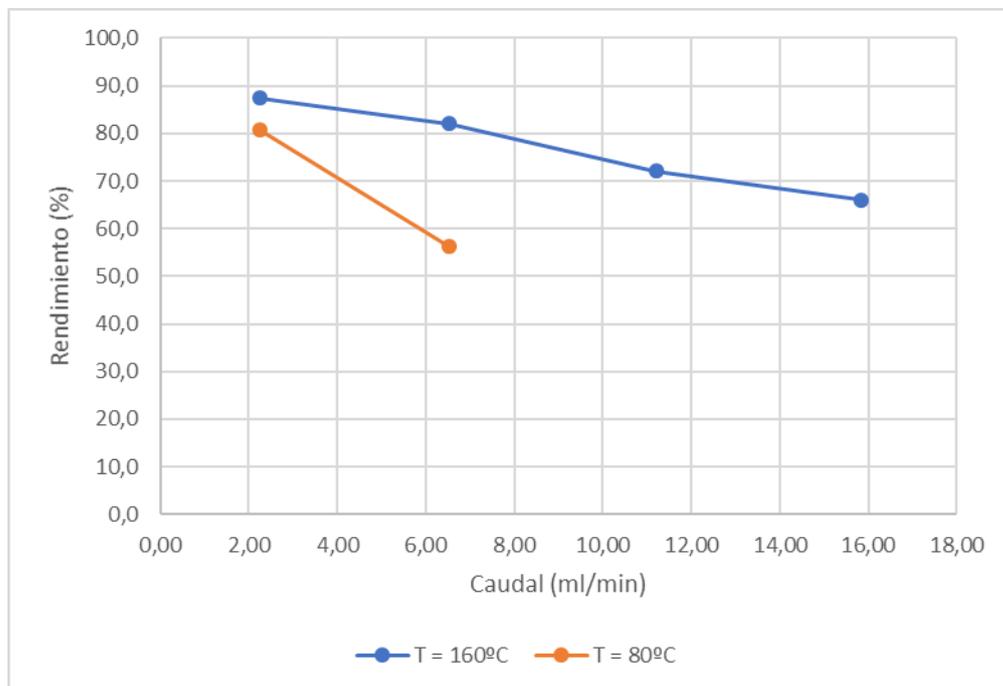


Figura 4.3.3.1. Efecto del caudal y la temperatura de operación en el rendimiento del secado por atomización de leche.

Como se muestra en el gráfico 4.3.2.1, a distintas temperaturas y caudales, el rendimiento obtenido es distinto. A mayor temperatura de operación se conseguirá un rendimiento mayor debido a que se produce la eliminación de la humedad de la muestra de manera más rápida. Aunque también se debe tener en cuenta el efecto del caudal, ya que, a un mayor caudal, se expulsa una mayor cantidad de materia y requerirá una

gran cantidad de calor para evaporar la humedad que existe en la disolución de partida, además de que a la presión que sale el fluido puede chocar con el fondo de la cámara de secado, provocando que parte del material se quede depositado en el fondo y se pierda gran cantidad de polvo.

Los rendimientos obtenidos son elevados. El mayor valor que se alcanza es de un 87,5 %, con la mayor temperatura y menor caudal. Esto significa que al recoger la parte de la muestra en polvo que se encontraba adosada a las paredes del ciclón, se ha aumentado el rendimiento de los experimentos, y refleja que hay poco producto en polvo adosado a la cámara de secado. También cabe destacar el alto valor de rendimiento alcanzado al trabajar a 80 °C (80,6 %), hay solamente un 7 % de bajada aun cuando la temperatura empleada es 80 °C inferior. Un gran resultado que permite trabajar con bajos costes energéticos y manteniendo un alto rendimiento. Si comparamos el valor de las temperaturas de salida en ambos experimentos podemos ver como al trabajar con 80 °C la temperatura de salida es 52 °C, frente a los 97 °C obtenidos a 160 °C. Esto significa que la obtención a baja temperatura de la leche en polvo seguro que ha permitido mantener componentes bioactivos que son inestables térmicamente, y que probablemente a 97 °C han podido sufrir alteraciones. No es posible obtener leche en polvo con una temperatura de salida de 50 °C al trabajar con aire a 160 °C, es menor valor fue de 60 °C, pero el rendimiento baja al 66 %.

Atendiendo a datos de algunos autores (Fang *et al.*, 2012), a mayor temperatura, se conseguirá un rendimiento mayor del proceso, esto se debe a que el polvo contiene una menor cantidad de humedad y son partículas de menor tamaño, siendo de menor peso y no depositándose en el fondo de la cámara de secado. Este resultado se ha podido corroborar con los valores obtenidos en este trabajo.

Otros autores ha estudiado el secado por atomización de leche de búfalo a distintas temperaturas (160-200 °C) y contenido en grasa, consiguiendo un rendimiento entre el 50 y 80 % (Rodríguez, 2017). Estos valores están dentro el rango de 66 y 87,5 % conseguido en este trabajo con leche de vaca a 160 °C.

4.3.4. Densidad aparente, densidad compacta.

Densidad aparente.

Las densidades aparentes se calcularon mediante las fórmulas descritas en el apartado de “medidas de la densidad de la leche en polvo”.

Tabla 4.3.4.1. Densidad aparente de las distintas muestras.

	DENSIDAD APARENTE		
	peso medio(g)	V cuchara (ml)	ρ (g/ml)
Experimento 1	4,1852	25	0,1674 ± 0,0052
Experimento 2	3,9942	25	0,1598 ± 0,0122
Experimento 3	4,1719	25	0,1669 ± 0,0125
Experimento 4	4,9990	25	0,2000 ± 0,0103
Experimento 5	4,0515	25	0,1621 ± 0,0051
Experimento 6	4,1110	25	0,1644 ± 0,0036

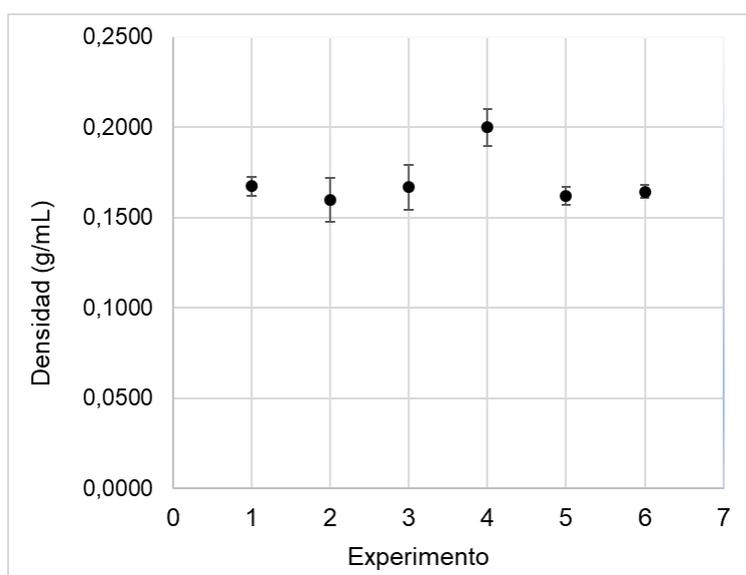


Figura 4.3.4.1. Gráfica comparativa de las distintas densidades aparentes.

En los ensayos realizados se consiguió una densidad aparente de la leche en polvo en torno a 0,16 g/ml. Salvo en la muestra del experimento 4 en todos los casos no hay diferencias significativas en los valores obtenidos. La excepción es el experimento 4 (160 °C, 15 %), con un valor de 0,2 g/ml, viéndose como un valor atípico.

La densidad aparente de la leche en polvo varía dependiendo de la casa comercial, lo que es un reflejo de las condiciones de secado de atomización que utilizan a nivel industrial. Según la compañía Innova Food Ingredients S.A., la densidad aparente de la leche en polvo obtenida se encuentra en $0,55 \pm 0,10$ (g/cm)(Innova, no date). Estos valores son más altos de los obtenidos en este trabajo y hacen referencia a que utilizan leche concentrada como leche de partida y posibles procesos de aglomeración del producto en polvo. Las leches en polvo comercializadas, antes de ser envasadas, son

previamente tamizadas, para eliminar cualquier grumo existente (Council, 2018). El tamizado del polvo obtenido permite que las partículas de la muestra sean de unas dimensiones similares y generan una homogeneidad al producto comercial.

Densidad compacta.

Aplicando las formula descrita en el apartado de “medidas de la densidad de la leche en polvo” se calculó la densidad compacta de la leche en polvo.

Tabla 4.3.4.2. Densidad compacta de las distintas muestras.

	DENSIDAD COMPACTA		
	P (g)	V (ml)	ρ (g/ml)
Experimento 1	3,599	7,6	0,4736
Experimento 2	3,6011	7,2	0,5002
Experimento 3	3,5992	7	0,5142
Experimento 4	3,5997	8,2	0,4390
Experimento 5	3,5998	7	0,5143
Experimento 6	3,599	7	0,5141

Los valores de densidad compacta son similares y se sitúan en un valor medio de 0,5 g/ml. De nuevo la muestra del experimento 4 dio un valor atípico.

4.3.5. Contenido en agua y color de las muestras.

Para su cálculo se pesó la placa Petri debido a que, una vez sacada la muestra de la estufa, se pesaría directamente la placa Petri con la muestra.



**Figura 4.3.5.1. Polvo obtenido mediante el BÜCHI B-290.
(Experimentos 1,2,3 fila inferior y 4,5,6 fila superior)**



**Figura 4.3.5.2. Polvo tras el secado en la estufa.
(Experimentos 1,2,3 fila inferior y 4,5,6 fila superior)**

Mediante la fórmula del apartado “estabilidad del polvo obtenido” se obtuvo el % de humedad que contenía las muestras producidas por el BÜCHI B-290. Los resultados se presentan en la Tabla 4.3.5.2.

Tabla 4.3.5.1. Medida de los distintos pesos de las muestras.

	P Petri (g)	P polvo (g)	P seco (g)	P polvo seco (g)
Experimento 1	34,8177	10,0004	44,5412	9,7235
Experimento 2	43,2453	10,0013	53,0187	9,7734
Experimento 3	44,306	10,0016	54,1355	9,8295
Experimento 4	34,6269	10,0006	43,8291	9,2022
Experimento 5	35,1797	10,0012	45,0241	9,8444
Experimento 6	45,5139	10,0019	55,265	9,7511

Tabla 4.3.5.2. % de humedad de las muestras.

	% humedad
Experimento 1	2,8
Experimento 2	2,3
Experimento 3	1,7
Experimento 4	8,0
Experimento 5	1,6
Experimento 6	2,5

Los experimentos realizados nos han dado resultados inferiores al 3 % de humedad en las muestras en polvo, a excepción del experimento 4, la cual contenía un 8 % de humedad, que según en el apartado de “leche en polvo mediante secado por atomización”, el contenido máximo de humedad de leche en polvo para su comercio no tiene que superior al 5 %, por lo que está incumpliendo el valor máximo permitido. De nuevo el experimento 4 da un valor atípico.

Es de destacar que, aunque el valor más alto encontrado (2,8 %) se corresponde con las condiciones de secado a 80 °C y 5 %, se trata de un valor bajo y permite decir que se ha conseguido obtener leche en polvo con calidad comercial a la temperatura de 80 °C.

Los ensayos realizados por (Fang *et al.*, 2012) a un caudal de 2 g/min de leche proteica concentrada a distintas temperaturas de operación, resultó que a una temperatura de 77 °C, la humedad que existía en el polvo era superior al 8 % de humedad, mientras que a temperaturas superiores a 155 °C la humedad residual del proceso de secado por atomización era menor del 4 %. Para su cálculo, empleó 0,2 g de la muestra en polvo y la secó en un horno a 102 °C, siendo la diferencia de peso, la cantidad de humedad que se hallaba en la muestra. Los valores de humedad que indica esta publicación son similares a los que hemos obtenido en esta experimentación con la temperatura de 160 °C. En nuestro caso se ha conseguido a 80 °C obtener leche en polvo con menor humedad que los obtenidos por estos autores a 77 °C.

El color de las muestras es muy similar en todos los casos, sin tener en cuenta el experimento 4 donde se puede observar una coloración rosada mucho más intensa. La tonalidad es de un tono rosa muy pálido, sobre todo al comparar con la muestra 4, lo cual parece indicar que la grasa se encuentra en la parte interior de la partícula de leche en polvo mientras que en la superficie está la lactosa y las proteínas del lactosuero. En principio, esto indicaría que las muestras en polvo van a ser estables a la oxidación y probablemente también a la hidratación. Se ha conseguido leche en polvo de alta calidad.

4.3.6. Reconstitución de la leche.

Se utilizaron las diferentes leches en polvo obtenidas para ver la facilidad que tienen para reconstituirse en agua. Este parámetro es importante a tener en cuenta para la aplicación comercial de la leche en polvo. En la Figura 4.3.6.1. se presentan los resultados y se observa como todas las leches en polvo obtenidas se reconstituyen bien sin que tenga lugar una clara sedimentación o una insolubilidad de los polvos. La excepción sigue siendo la muestra del experimento nº 4 que da un valor atípico y no se termina de solubilizar.

El color de las muestras solubilizadas tiene una tonalidad muy similar a la leche coloreada de partida, por lo que indica que la reconstitución ha sido correcta y que el colorante no ha perdido color en el proceso de secado por atomización.

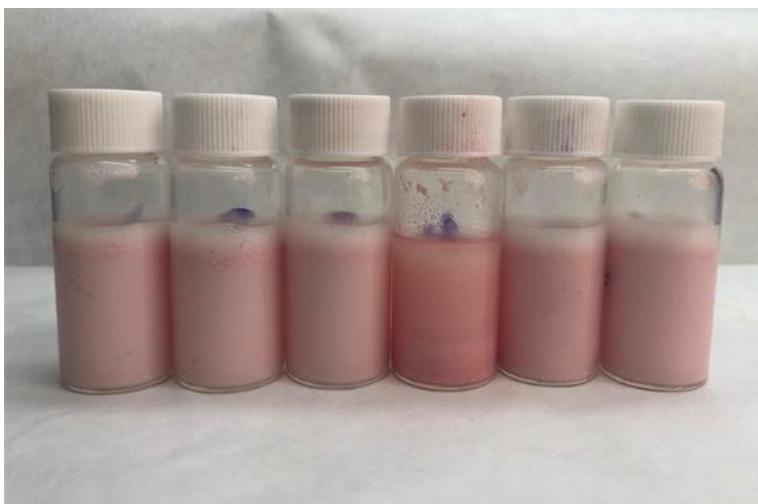


Figura 4.3.6.1. Reconstitución de la leche.

De manera más técnica se podría aplicar el índice de solubilidad, descrito por (PANREAC, 1999), donde se disolverá una cierta cantidad de polvo en un agua para analizar y a través de periodos de mezcla, reposo y centrifugación, se detallará la cantidad sedimento del polvo y la solubilidad de este. Este ensayo es posible que nos indicara si hay alguna diferencia entre las muestras de leche en polvo obtenidas.

4.3.7. Estabilidad de las muestras con el tiempo de almacenamiento.

Para finalizar la experimentación se estudió la estabilidad de las muestras obtenidas. Se almacenaron durante 69 días en oscuridad, a temperatura ambiente y en un recipiente abierto. Por tanto, no fueron envasadas en un ambiente privado de humedad o de atmósfera controlada, y es de esperar que tenga lugar un aumento de peso en las muestras.

Se utilizó la fórmula descrita en el apartado de “estabilidad del polvo obtenido” para conocer la cantidad de humedad que absorbe el polvo.

Los resultados se presentan en la Tabla 4.3.7.2. y muestran que los valores de humedad de las leches en polvo son próximos al 4%, lo cual indica que han sido muy estables al almacenamiento. Esto ha corroborado lo esperado al observar una coloración rosa

pálido en las muestras que indica la presencia de la lactosa en la superficie de las partículas de leche en polvo.

Aun cuando durante el envasado el producto en polvo puede contaminarse a causa de microorganismo que se encuentran en el aire (Council, 2018), en el caso de la leche en polvo obtenida con tan bajo contenido en humedad no se pudo observar tras el almacenamiento ningún cambio y las leches en polvo mantuvieron el color. Todos los resultados indican la buena estabilidad de las muestras.

Tabla 4.3.7.1. Medidas del polvo después de un periodo de 69 días.

	P Petri (g)	P humedo (g)	P polvo humedo (g)	P polvo seco (g)
Experimento 1	34,8177	44,965	10,1473	9,7235
Experimento 2	43,2453	53,4225	10,1772	9,7734
Experimento 3	44,306	54,532	10,226	9,8295
Experimento 4	34,6269	44,1186	9,4917	9,2022
Experimento 5	35,1797	45,4053	10,2256	9,8444
Experimento 6	45,5139	55,643	10,1291	9,7511

Tabla 4.3.7.2. % de humedad absorbidos de las muestras.

	% humedad obtenido
Experimento 1	4,2
Experimento 2	4,0
Experimento 3	3,9
Experimento 4	3,1
Experimento 5	3,7
Experimento 6	3,7



**Figura 4.3.7.1. Muestras conservadas durante 69 días.
(Experimentos 1,2,3 fila inferior y 4,5,6 fila superior)**

5. CONCLUSIONES.

Una vez finalizada la experimentación, se pueden extraer las siguientes conclusiones específicas que se detallan a continuación:

- No se ha conseguido obtener leche líquida al 25 % a partir de leche en polvo por medio de exclusivamente homogeneización con Ultraturrax T-25, al observarse sedimentación. Se tendría que haber partido de leche líquida, concentrarla y homogeneizarla, pero no se disponía del equipo necesario para su realización.
- Se ha coloreado con rojo aceite O la fase grasa de la leche de manera efectiva, mostrando la permeancia del color en la fase grasa durante la separación de ambas fases en el descremado.
- Se han determinado las mejores condiciones de atomización con la tobera de atomización de doble fluido, y se han conseguido utilizando un caudal de aire de atomización de 4 cm de altura de rotámetro (475 L/h), que es válido para caudales de alimentación entre el 5 y el 45 % (120 - 950 ml/h).
- Se ha optimizado el secado por atomización de leche a una temperatura de 80 °C y a un caudal de la bomba del 5 % se obtuvo un rendimiento muy eficiente del 80,6 %, existiendo una mínima cantidad de polvo en la cámara de secado. Este valor es solo un 7 % inferior al obtenido operando con una temperatura de 160 °C y la bomba al 5 % (es decir, la mejor condición de operación empleada durante los experimentos a 160 °C).
- Se ha conseguido operar el equipo de secado por atomización a la baja temperatura de 80 °C, lo cual no requeriría de un gran consumo de energía para elevar la temperatura, y es de esperar que evite la desactivación térmica de componentes bioactivos de la leche. La temperatura de salida, y por tanto la temperatura máxima alcanzada por la leche durante el secado, fue de 52 °C, el menor valor de todos los conseguidos en este estudio.
- Se ha obtenido leche en polvo con un contenido de humedad en las muestras inferiores al 3 %, a excepción del caso donde se empleaba una temperatura de 80 °C y un caudal del 15 % de la bomba. Demostrando que para una temperatura de 80 °C y un caudal de bomba del 5 %, se puede conseguir un secado óptimo para cumplir las especificaciones para su puesta en venta.
- Se ha observado que para todos los ensayos las densidades aparentes y densidades compactas eran similares entre ellas, a excepción del experimento 4, deduciéndose que para unas condiciones de temperatura de 80 °C se consiguen valores similares a la operación a temperatura 160 °C, y no depende del caudal de bomba empleado en

el secado por atomización. Probablemente si se hubiera partido de leche concentrada al 25 % se habrían encontrado diferencias.

- Se han conseguido que todas las leches en polvo se reconstituyeran de forma adecuada al no observarse una sedimentación posterior. Durante su reconstitución, las muestras utilizadas tuvieron el mismo color que la disolución de partida, a excepción del experimento 4, determinándose que el color empleado no se degradó durante el proceso de secado por atomización.
- La estabilidad de las muestras en unas condiciones anormales de preservación fueron bastantes buenas debido que las muestras no obtuvieron un aumento drástico de peso, ni ningún cambio del color y la textura pasado los 69 días.

Finalmente, como conclusión del trabajo hay que decir que se ha conseguido obtener leche en polvo a bajas temperaturas con alto rendimiento en peso, con baja humedad, correcta reconstitución y estable al almacenamiento. Atendiendo al poco color obtenido y a la baja temperatura de salida conseguida de 52 °C es de esperar que esta leche en polvo reúna mejores características nutricionales y organolépticas que las actualmente comercializadas que se obtienen a temperaturas en el entorno de 160 °C. Con el correcto conocimiento y manejo de la técnica de secado por atomización se ha mejorado la calidad de un producto comercial.

6. BIBLIOGRAFIA

Agudelo Gómez, D. A. and Bedoya Mejía, O. (2005) 'Composición nutricional de la leche de ganado vacuno', *Revista Lasallista de Investigación*, 2(1), pp. 38–42.

Aguilar, J. (2009) *La microencapsulación*, Farmacia Aguilar. Available at: <http://farmaciaaguilar.blogspot.com/2009/02/la-microencapsulacion.html>.

Álvarez, T. C. (2018) *Microencapsulación de aceite esencial de naranja y sus concentrados mediante emulsiones e inclusión molecular para la estabilización y preservación de su actividad antimicrobiana y antioxidante*, Tesis, Universidad autónoma de nuevo león.

B-290 Mini Spray Dryer Manual de instrucciones (no date).

Blanquicett Gonzalez, K. and Rangel Terraza, R. D. (2016) *Encapsulación de zumo de naranja agria (citrus aurantium l.) por cocristalización en sacarosa*. universidad de córdoba. Available at: <https://repositorio.unicordoba.edu.co/handle/123456789/1023>.

BUCHI (2018) 'Nano Spray Dryer B-90', pp. 1–12. Available at: www.buchi.com.

Burgos Peláez, R. and Cárdenas Lagranaja, G. (2017) "Beneficios de la inclusión de los lácteos en la dieta, valor nutricional de los lácteos" en *Puesta al día en común en la intolerancia a la lactosa*, pp. 29-50. Available at: <https://senpe.com/documentacion/privado/7-puesta-al-dia-en-comun-en-la-intolerancia-a-la-lactosa.pdf>

Capablanca, L. (2008) *Evaluación de la Adhesión y Permanencia de Microcápsulas sobre Tejidos de Algodón*, Trabajo Fin de Master, Univeristat politècnica de valencia.

Council, D. E. (2018) *Manual de Referencia para las Leches en Polvo e Ingredientes Microfiltrados Estadounidenses*.

Espinoza González, C. J. et al. (2017) *Pulverización por enfriamiento para desarrollo de aditivos plásticos*, *Plastics Technology México*. Available at: <https://www.pt-mexico.com/articulos/pulverización-por-enfriamiento-una-tecnología-sustentable-para-el-desarrollo-de-aditivos-para-plsticos>.

Fang, Y. et al. (2012) 'Functionality of milk protein concetrate: Effect of spray drying Temperature', *Elsevier*, 62, pp. 101–105. Available at: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369703X11001483?casa_token=sELI59IR68IAAAAA:JkiggUHoWZBPVAItWv3tSIZE1w_OKJVuOXETj1KnwgyMVdXoUUSjeBjNz7iPIVoZGcGp6Rqs7R8

García, C. A. C., Montiel, R. L. A. and Borderas, T. F. (2014) 'Grasa y proteína de la leche de vaca: componentes, síntesis y modificación', *Archivos de Zootecnia*, 63(241), p. 85. doi: 10.21071/az.v63i241.592.

García, M. del C. (2018) *Oxidación lipídica en productos lácteos: Influencia de la adición de ácidos grasos funcionales*, Tesis, Universidad Autónoma de Madrid.

Guardiola Rodríguez, E. (2015). *Elaboración de bases lácteas en polvo mediante secado*

por atomización para fabricación de chocolate, Trabajo Fin de Master, Universidad de Oviedo.

Innova food ingredients, S. A. (no date) *Leche en polvo entera 26% mg*. Available at: http://www.innovafoodingredients.com/documentos_web/documentos/Lecheenpolvoentera_26MG_Innova.pdf

Islas, R. P. (2002) *Alimentos Microencapsulados : Particularidades de los Procesos para la Microencapsulación de Alimentos para Larvas de Especies Acuícolas*, Universidad Iberoamericana. Available at: http://www.uanl.mx/secciones/publicaciones/nutricion_acuicola/VI/archivos/A26.pdf.

Jardón Sánchez, C. C. (2020) *Compuestos Bioactivos en los Alimentos, Tecnosoluciones*. Available at: <https://tecnosolucionescr.net/blog/165-compuestos-bioactivos-en-los-alimentos>.

Kim, E. H.-J., Dong Chen, X. and Pearce, D. (2009) 'Surface composition of industrial spray-dried milk powders.2. Effects of spray drying conditions on the surface composition', *Elsevier*, 94(2), pp. 169–181. Available at: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877408005001?casa_token=vu1ifgo7KYYAAAAA:Tb7gDBe04pT2LxhV61RY3eO10J17Hbbs5_aGrmPrJ2Z1ya-cKdFlgtnr5CzTzCidf_MjuOHRBk

de la Rosa, O. M. A. and Angulo, L. M. V. (2011) 'Tres Tipos De Interacción (3TI) en el aprendizaje en línea de capacidades curriculares y didácticas (CCDS) del profesorado del sistema educativo de Islas Canarias', *Educacion XX1*, 14(2), pp. 19–42.

López Hernández, O. D. (2010) 'Microencapsulación de sustancias oleosas mediante secado por aspersión', *Revista Cubana de Farmacia*, 44(3), pp. 381–389.

Manzanarez-tenorio, L. E. *et al.* (2020) 'Microencapsulación de extractos de higo (Ficus carica) por coacervación compleja y evaluación de su capacidad antioxidante', *Biotechnia*, 22(2), pp. 70–77.

Miravet Valero, G. M., Alacid Cárceles, M. and Obón de Castro, J. M. (2009) *Secado por Atomización de zumo de granada*, Master en Ingeniería Ambiental y Procesos Químicos y Biotecnológicos, Universidad politécnica de Cartagena.

PANREAC QUIMICA, S. A. (1999) *Métodos oficiales de análisis - Leche y Productos Lácteos*.

Parra, R. R. (2010) 'Microencapsulación de Alimentos', *Revista Facultad Nacional de Agronomía*, 63(2), pp. 5669–5684.

Peña Vera, M. Y. (2012) *Metodología de Diseño Simultáneo de Proceso y Control aplicada a un secado por atomización multiproducto para sustancias químicas naturales* Metodología de Diseño Simultáneo de Proceso y Control aplicada a un secado por atomización multiproducto para susta, Tesis, Universidad nacional de colombia sede medellin.

Reyna, N., Álvarez, M. and Hernández, M. (2015) 'Microencapsulación de componentes bioactivos', *Redalyc*, 23(66), pp. 64–70.

Ribera, D. (2014) *¿Por qué está aumentando el interés por la microencapsulación en cosmética?*, *Ainia*. Available at: <https://www.ainia.es/tecnoalimentalia/tecnologia/por-que-esta-aumentando-el-interes-por-la-microencapsulacion-en-cosmetica/>.

Rodríguez Jerez, J. J. (2006) *La encapsulación en alimentos*, *Eroski Consumer*. Available at: <https://www.consumer.es/seguridad-alimentaria/la-encapsulacion-en-alimentos.html>.

Rodríguez Otálora, Y. A. (2017) *Evaluación de la tecnología del secado por aspersión para la obtención de leche en polvo de búfala (Bubalus bubalis)*, Tesis, Universidad nacional de colombia sede en medellin.

Sánchez Hidalgo, L. (2019) *Tecnología para la optimización del uso de antibióticos: Microencapsulación*, *Avicultura*. Available at: <https://avicultura.info/tecnologia-para-la-optimizacion-del-uso-de-antibioticos-microencapsulacion/>.

Sanz, M. . *et al.* (2003) 'Calidad de la leche de los pequeños rumiantes', *Anales de la Real Academia de Ciencias Veterinarias de Andalucía Oriental*, 16(1), pp. 155–166. Available at: <https://helvia.uco.es/bitstream/handle/10396/3887/vol1606.pdf?sequence=1>.