



UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE
CARTAGENA
ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE
INGENIERÍA INDUSTRIAL



PROYECTO FIN DE CARRERA

OBTENCIÓN DE MICROENCAPSULADOS FUNCIONALES DE ZUMO DE *Opuntia stricta* MEDIANTE SECADO POR ATOMIZACIÓN



Autor: Miguel Lozano Berna,

Titulación: Ingeniería Técnica Industrial, especialidad en Química Industrial

Marzo 2009

TÍTULO

OBTENCIÓN DE MICROENCAPSULADOS FUNCIONALES DE ZUMO DE *Opuntia stricta* MEDIANTE SECADO POR ATOMIZACIÓN

INDICE

1. Introducción

1.1. Microencapsulación

1.1.1. Que es y para que microencapsular

1.1.2. Caracterización de las microcápsulas

1.1.3. Procesos para preparar microcápsulas

1.2. Microencapsulación mediante secado por atomización

1.2.1. La operación de secado por atomización

1.2.2. Principales variables del proceso de secado por atomización.

1.3. Microencapsulación de zumos mediante secado por atomización

1.3.1. Los zumos y su microencapsulación

1.3.2. Microencapsulación del zumo de *Opuntia*

- El valor de los higos chumbos

- *Opuntia stricta* como fuente de colorante y nutraceuticos

- Microencapsulación de zumos de *O. stricta*

- Fructo-oligosacáridos e inulinas como ingredientes funcionales

2. Objetivos

3. Materiales y Métodos

4. Resultados y Discusión

4.1. Secado por atomización de zumo de *O. stricta* con boquilla de dos vías: uso de fructo_oligosacaridos e inulina frente a las maltodextrinas

- Medidas de la temperatura de transición vítrea de fructooligosacaridos, inulinas y maltodextrinas

- Secado por atomización con fructooligosacaridos, inulinas y maltodextrinas: optimización de la relación encapsulante/zumo de *O. stricta*

- Optimización del secado por atomización del zumo de *Opuntia stricta* con el fructooligosacárido Beneo P95

4.2. Secado por atomización de zumo de *O. stricta* con boquilla de tres vías: Estudios preliminares con el fructooligosacárido Beneo P95 y zumo de *Opuntia stricta*

5. Conclusiones

6. Bibliografía

1. Introducción

1.1. Microencapsulación

1.1.1. Que es y para que microencapsular

La microencapsulación es el proceso por el cual partículas individuales o gotas de un material activo (core) se rodean por una cubierta (shell) para producir capsulas en el rango de micras a milímetros, conocidas como microcápsulas. Cuando las partículas poseen un tamaño inferior a $1\ \mu\text{m}$, el producto resultante del proceso de encapsulación recibe la denominación de “nanocápsulas” (Vila Jato, 1997).

La microcápsula más simple posee una estructura que está compuesta por dos elementos, el material activo y una delgada pared que envuelve al primero (Figura 1).

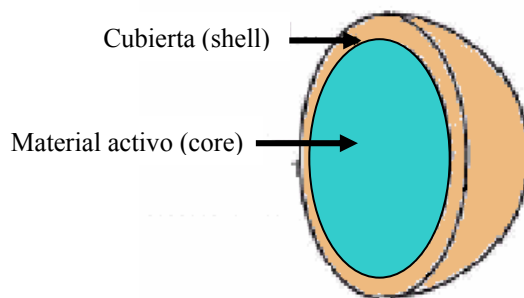


Figura 1. Estructura general de una microcápsula

Si consideramos un mismo volumen de material, el área superficial que se consigue con nanocápsulas esféricas en comparación con microcápsulas esféricas es mucho mayor. Así, por ejemplo, con esferas de $100\ \mu\text{m}$ se consiguen áreas de $60\ \text{cm}^2/\text{ml}$, mientras que con esferas de $1\ \mu\text{m}$ de diámetro se consiguen áreas de $6.000\ \text{cm}^2/\text{ml}$, es decir, 100 veces mayores (Figura 2). Si consideramos la estructura de una microcápsula simple, y queremos utilizar un mismo volumen de material activo y de material de cubierta la relación de diámetros (interno vs externo) debe ser de 0.794. Esto significa que una microcápsula de $100\ \mu\text{m}$ tendrá un espesor de $10.3\ \mu\text{m}$, mientras que una microcápsula de $1\ \mu\text{m}$ la tendrá de $0.1\ \mu\text{m}$. Así, la “protección” del material activo será mas efectivo en las partículas mas grandes.

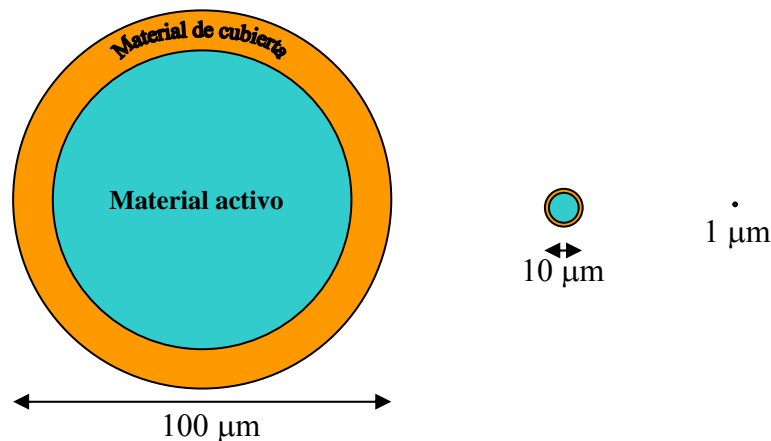


Figura 2. Imágenes de microcápsulas de diferentes diámetros con un mismo volumen de material activo y de material de cubierta

Existen diferentes tipos de microcapsulas más complejas, que según su estructura las podemos clasificar como: *microcápsulas de sistema reservorio o capsular* y *microcápsulas en sistema matricial*:

- Sistema reservorio o capsular: el material activo se encuentra incluido en una especie de reservorio, que puede ser de naturaleza líquida o sólida, el cual se haya envuelto por una fina película del material de recubrimiento. En la figura 3 puede observarse el caso de una partícula con el interior lleno (figura 3a), o bien con el interior parcialmente vacío creando una microcápsula hueca (figura 3b).
- Sistema matricial: el material activo se encuentra altamente disperso en la matriz polimérica. Podemos tener una estructura en forma de espuma en donde el material activo se encuentre repartido en toda la microcápsula y la cubierta o bien permanece intacta (figura 3c) o bien en una estructura abierta en forma de red (figura 3e). También podemos encontrar microcápsulas en las que el material activo está disperso en la matriz que sirve como cubierta, tanto como esfera llena (figura 2d) como en la periferia (figura 2f). Un ejemplo de microcápsulas tipo 2d sería el uso de nanopartículas como material activo.

La forma de las microcápsulas podrá ser esférica o bien presentar una forma irregular (figura 3g).

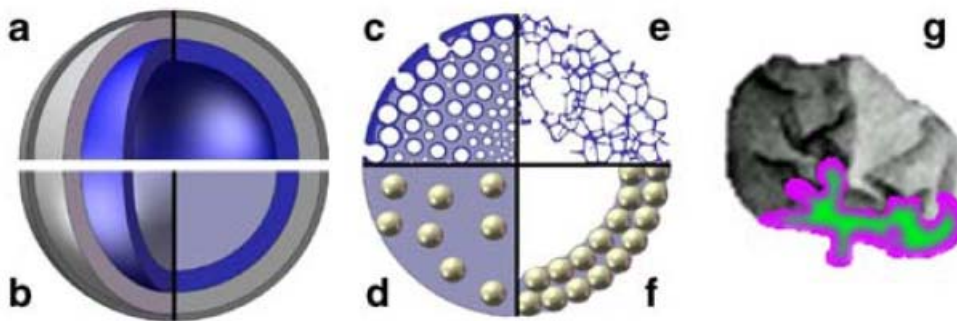


Figura 3. Morfología de los diferentes tipos de microcápsulas (Vehring, 2008)

Dependiendo de las características fisicoquímicas del material activo, de la composición de la pared, y de la técnica usada del microencapsulación, se podrán obtener los diversos tipos de partículas explicados anteriormente.

El propósito general de la microencapsulación es producir partículas que controlan el transporte de masa, siendo la pared de la microcápsula la encargada de controlar la difusión del componente activo de la microcápsula (Vilstrup 2004).

La aplicación de la microencapsulación alcanza campos muy variados:

- En la agricultura se utiliza al formular algunos insecticidas, fungicidas y en los fertilizantes de cesión lenta.
- En la industria alimentaria las microcápsulas se emplean para mantener la calidad de sustancias grasas, aceites, colorantes, saborizantes y aromatizantes. Estas liberan el material que contienen durante la preparación de las comidas o tras la ingestión.

En el caso de microencapsulado de componentes alimenticios la función del encapsulado ofrece muy diferentes posibilidades:

- Proteger los componentes alimenticios como harinas, vitaminas, o sales del oxígeno, el agua y la luz.
 - Mejorar el manejo de líquidos para convertirlos en polvos libres para que se puedan incorporar en otras comidas.
 - Aislar durante el almacenaje ciertos componentes específicos de alimentos de otros componentes reactivos.
- En cosmética y perfumería, es también frecuente su uso. Microcápsulas con sustancias olorosas liberan el perfume al frotar suavemente tras su aplicación.
- En farmacia reducen el efecto directo irritante causado por algunos medicamentos en la mucosa gástrica. Consiguen una liberación sostenida o controlada del principio activo a partir de la forma farmacéutica, y también que la liberación se produzca a modo de pulsos o a un determinado pH.

1.1.2. Caracterización de las microcapsulas

Las microcapsulas deben ser caracterizadas y controladas de acuerdo con unos ensayos que aseguren su calidad y homogeneidad, así como su comportamiento en la liberación del material activo.

Ensayos característicos que se suelen realizar a las microcapsulas son:

- a) Características morfológicas, tamaño de partícula, estructura interna, densidad.
- b) Rendimiento de producción.
- c) Eficacia de la encapsulación y contenido en material activo.
- d) Estudio de liberación del material activo.
- e) Estado físico e interacciones polímero-material activo.

Veamos uno por uno los métodos de caracterización.

a) Características morfológicas, tamaño de partícula, estructura interna, densidad

Para analizar las características morfológicas de las microcapsulas, se recurre normalmente a técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM) que también permiten detectar la posible agregación de las partículas, así como determinar el tamaño de las mismas. La observación por microscopía electrónica de barrido de los cortes transversales de las micropartículas permite caracterizar la estructura interna de las mismas.

La distribución de tamaños de las microcapsulas se determinan empleando técnicas microscópicas, de tamización, sedimentación, técnicas de difracción de rayos láser o con un aparato conocido como Coulter Counter, que utiliza el principio de coulter también llamado método ESZ (Electronical Sensing Zone Method).

Para medir la densidad real se puede utilizar un picnómetro de helio, y para medir la densidad aparente se puede utilizar la compactación.

b) Rendimiento de producción

El rendimiento de producción refleja el porcentaje de microcápsulas obtenidas con respecto a la cantidad total de material (material activo + polímero) empleado. Se trata de un control muy importante desde el punto de vista económico, teniendo en cuenta el elevado costo de la mayoría de los polímeros y materiales activos utilizados. Es, por lo tanto, conveniente recuperar en forma de microcápsulas la mayor cantidad posible del material de partida.

c) Eficacia de encapsulación y contenido en material activo

Para cuantificar la cantidad de material activo encapsulado en las microcápsulas, habrá que disolver previamente el polímero formador de cubierta en un disolvente adecuado o extraer el material activo utilizando un disolvente en el cual el compuesto activo es soluble y el polímero insoluble.

El contenido en material activo (m.a.) o capacidad de encapsulación hace referencia a la cantidad de material activo encapsulado en la microcápsulas. Se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Contenido m.a. (\%)} = \frac{\text{Cantidad de material activo encapsulado}}{\text{Peso final de microcápsulas}} \times 100$$

El rendimiento o eficacia de encapsulación (EE) se calcula a partir de la relación entre el material activo encapsulado y el teórico o en disposición de ser encapsulado, a partir de la expresión:

$$\text{EE (\%)} = \frac{\text{Cantidad de material activo encapsulado}}{\text{Cantidad teórica de material activo}} \times 100$$

Interesa que tanto el contenido en material activo como la eficacia de encapsulación sean lo más elevados posibles. Es decir, es importante incorporar la mayor cantidad posible de material activo por peso de microcápsulas al objeto de que el peso final de la formulación no sea excesivo; además, interesa desde un punto de vista económico que todo o prácticamente todo el material activo utilizado en el proceso sea encapsulado.

d) Estudio de liberación del material activo.

Al igual que en otros productos de liberación controlada, el estudio de liberación *in vitro* del material activo a partir de las microcápsulas es muy importante. La liberación del material activo está gobernada por una serie de factores que son dependientes del polímero, del material activo y de la propia microcápsula. Entre los primeros se puede citar el tipo de polímero (insoluble, solubilidad pH – dependiente), su peso molecular y estado cristalino. Entre los parámetros relacionados con el principio activo, se destaca la solubilidad del mismo y su peso molecular. Por último, factores dependientes de la propia

microcápsula son, por ejemplo, el tipo de estructura interna (reservorio o matricial) y el contenido teórico de material activo con respecto al polímero.

Para realizar el estudio de liberación se puede utilizar el procedimiento especificado por la USP (*Farmacopea Norteamericana*), así como métodos de flujo, agitación de viales, membranas de diálisis, etc. Las microcapsulas son incubadas en el medio, añadiendo un agente tensoactivo de ser necesario (principios activos de tipo proteico o peptídico), y se determina su liberación con el tiempo.

e) Estudio de las interacciones polímero-principio activo

La mayoría de los procedimientos de microencapsulación implican un mezclado íntimo entre el polímero y el principio activo, por lo que pueden tener lugar diversas interacciones fisicoquímicas que pueden influir en la eficacia terapéutica, cuando se habla de una forma farmacéutica. En consecuencia, es conveniente caracterizar el estado físico del polímero y principio activo por separado y del material activo en la microcápsula (material activo disuelto o dispersado en el polímero) y poner de manifiesto la posible existencia de interacciones medicamento – excipiente. Para ello se recurre a técnicas espectroscópicas del tipo de difracción de rayos X, infrarrojos (IR) y resonancia magnética nuclear (RMN), así como a técnicas de análisis térmico diferencial (ADT) o calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Además de estos estudios, estará también indicado realizar controles de disolventes orgánicos residuales (técnicas de cromatografía de gases) si las microcápsulas han sido preparadas por procesos que impliquen la utilización de disolventes. Por otra parte, habrá que garantizar la esterilidad y ausencia de pirógenos en productos para administración parenteral y realizar ensayos de resistencia mecánica en aquellas microcápsulas que se vayan a someter a continuación a una compresión, etc. Si las micropartículas son formuladas en suspensiones, un objetivo crucial será minimizar la difusión del principio activo al medio suspensor y mantener las propiedades originales de las micropartículas durante el almacenamiento, por lo que estará indicado realizar estudios de estabilidad (Vila, 1997).

1.1.3. Procesos para preparar microcápsulas.

Como visión general de la microencapsulación, decir que existen algunos tipos de procesos que están basados exclusivamente en fenómenos físicos, otros usan reacciones químicas de polimerización para producir la pared de la cápsula, y otros combinan los métodos físicos y químicos. Como existen muchos tipos de microencapsulación se van a clasificar de acuerdo con la bibliografía consultada en dos grupos (Vilstrup, 2004):

- Procesos de microencapsulación de Tipo A, basados en procesos químicos: Entre los procesos de microencapsulación de tipo A se encuentra: *coacervación compleja, polímero-polímero incompatible, y proceso de inyección sumergido*
- Procesos de microencapsulación de Tipo B, basado en procesos físicos. *Secado por atomización (spray drying), enfriamiento tras atomización (spray chilling), recubrimiento en lecho fluidizado, disco giratorio con orificios múltiples.*

Veamos uno a uno cada proceso de microencapsulación.

Tipo A. Microencapsulación por métodos químicos

- Coacervación compleja (Hellman, 2000)

La coacervación compleja es el proceso de separación de fases que tiene lugar de forma espontánea cuando en un medio acuoso se mezclan dos o más coloides que presentan carga opuesta (policación y polianión), como consecuencia de la atracción electrostática que sufren. En los procedimientos de microencapsulación por coacervación compleja se utilizan generalmente combinaciones de una proteína y un polisacárido, en concreto gelatina y goma arábica (goma acacia) respectivamente. Es uno de los procesos más estudiados. La gelatina es una proteína anfotérica (presenta carga positiva a valores de pH inferiores a su punto isoeléctrico $-pI$ -, y carga negativa a valores de pH superiores) que deriva del colágeno y resulta muy adecuada para la coacervación debido a que su especial configuración facilita la oclusión de una considerable cantidad de agua. La goma arábica presenta carga negativa en todo el rango de pH. En consecuencia, a pH inferiores a su pI , la gelatina está cargada positivamente e interacciona con las moléculas de goma arábica, con lo que se produce una neutralización de cargas y una desolvatación de la mezcla polimérica, que se separa en una fase líquida o coacervado complejo.

En el proceso de microencapsulación por coacervación el aspecto más importante que hay que tener en cuenta es el control del pH, ya que determina la ionización de ambos coloides, así como la proporción relativa en que se mezclan éstos y la concentración polimérica total.

En el caso de la gelatina y la goma arábica se preparan dos disoluciones acuosas a una concentración menor del 3% en peso de cada una. A una de ellas se adiciona el producto que va a formar el material activo y sobre ésta se adiciona la otra disolución (Figura 4). La temperatura debe ser mayor que el punto de gelificación de la gelatina (mayor de 35°C). El pH se ajusta a 3.8-4.3 y se mantiene una agitación continua en todo el proceso. El sistema se enfría a 5°C, la capsula coacervada gelifica y se endurece añadiendo glutaraldehído. Finalmente las microcápsulas se lavan, se secan y recogen.

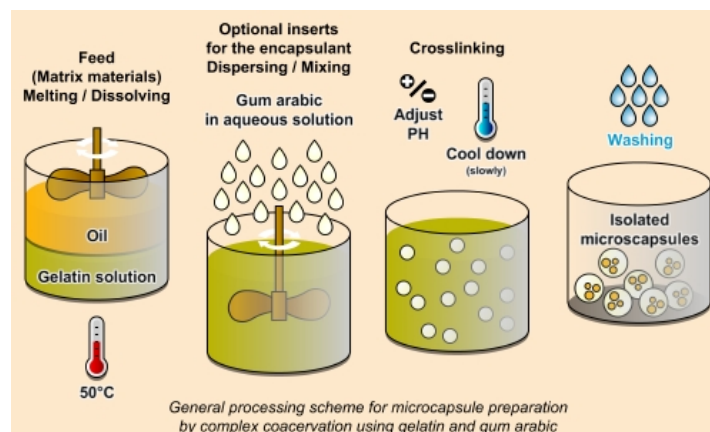


Figura 4. Formación de microcápsulas por coacervación compleja

- Polímero- polímero incompatible

Se basa en inducir la separación de fases añadiendo un polímero “incompatible” con el polímero formador de cubierta. Es incompatible el polímero que presenta una mayor solubilidad en el disolvente que el propio polímero de recubrimiento, no teniendo, en cambio, afinidad por el material que se va a encapsular. Por lo tanto, a medida que se añade el polímero incompatible, se produce la desolvatación del de recubrimiento, que se separa y deposita alrededor de las partículas suspendidas en el medio.

- Procesos de inyección sumergida (Submerged nozzle processes)

Varios procesos del Tipo A (microencapsulación por métodos químicos) utilizan la fuerza centrífuga o boquillas de dos-fluidos sumergidas para formar las microcápsulas. En un proceso, una copa perforada con una serie de los agujeros contiendo la fase acuosa, se sumerge en un baño del aceite. La fase del agua de esta emulsión es una disolución concentrada de un polímero soluble en agua. La gelatina es un ejemplo específico. Se rota la copa, que está sumergida en el aceite, de tal modo que en la fase del aceite se forma una corriente de gotitas de una emulsión aceite/agua. Controlando la temperatura del baño del aceite, la fase externa de las gotitas de la emulsión se secan y gelifican para crear capsulas de aceite-cargados del gel que pueden ser aisladas y ser secados. Cuando están aisladas las cápsulas consisten en un número de gotitas pequeñas del material activo dispersadas a través de una matriz del material de la pared. Este proceso fue desarrollado en 1942 para producir las cápsulas que mejoraron la estabilidad de oxidación de vitaminas y de aceites de los pescados (Vilstrup, 2004). La figura 5 muestra el caso de formación de microcápsulas con una boquilla de dos fluidos sumergida.

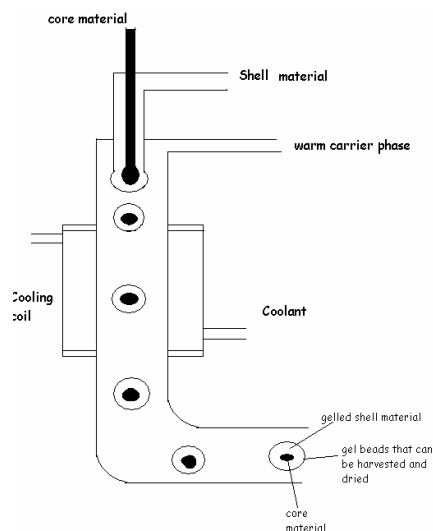


Figura 5. Esquema del sistema de boquilla de dos fluidos sumergida

Tipo B: Microencapsulación por métodos físicos

- Secado por atomización.

Consiste, en líneas generales, en atomizar el material que se encuentra en estado líquido, ya sea como disolución o como dispersión, en forma de finas gotas sobre una corriente de gas calentado. Cuando las pequeñas gotas del líquido se ponen en contacto con el gas a mayor temperatura, se produce una rápida evaporación del disolvente, formándose una fina película del material de recubrimiento que se encuentra disuelto en él (Hellman, 2000)

Un equipo de secado por atomización se compone, esencialmente, de un sistema de alimentación del líquido, un dispositivo de atomización, que por lo general consiste en una boquilla de atomización, una cámara de secado y un sistema colector del producto seco.

Para efectuar la microencapsulación, el material de recubrimiento se disuelve en un disolvente apropiado y en esta disolución se dispersa la sustancia, sólida o líquida, que va a servir como material activo. La dispersión, en estado líquido, preparada en estas condiciones, se suele introducir en la cámara de secado con aire en contracorriente. El aire caliente proporciona el calor de evaporación requerido para la separación del disolvente, produciéndose en esta forma la microencapsulación.

Las partículas sólidas se microencapsulan sometiendo a secado por atomización una suspensión de ellas en una disolución del agente de recubrimiento. Cuando el disolvente se evapora, el material de recubrimiento envuelve las partículas.

Los líquidos oleosos pueden microencapsularse emulsificándolos primero uno de ellos en una disolución acuosa del agente de recubrimiento y sometiéndolos, posteriormente, al proceso de secado por atomización. En este caso, al producirse la evaporación del agua, las gotitas de aceite son microencapsuladas por el material formador de la película. Con este procedimiento, pueden prepararse los denominados aceites sólidos, que contienen, generalmente, sustancias aromatizantes que se utilizan en preparados farmacéuticos, o perfumes que se emplean en la industria cosmética.

El producto que se obtiene por este procedimiento está constituido por microcápsulas de forma aproximadamente esférica y de un tamaño que varía entre 5 y 600 micras y que, casi siempre, presenta una cubierta porosa. Por esta razón, cuando se procesan materiales por este método es necesario emplear una baja proporción del ingrediente que va a constituir el material ya que, para asegurar una adecuada protección, es necesario que la cubierta ocupe un porcentaje importante de la microcápsula total. En el caso de la microencapsulación de aceites volátiles, se recomienda que el material no represente más del 20% del total de la microcápsula.

- Enfriamiento tras atomización (Spray chilling)

Este método es muy similar al de secado por atomización. El material se dispersa en un medio líquido y se somete posteriormente a atomización. La diferencia reside en que, en este procedimiento, se usa la sustancia de recubrimiento fundida y tras ser sometida a atomización se produce un enfriamiento que provoca su solidificación produciéndose, de esta manera, la microencapsulación de la sustancia que se encuentra dispersa (Hellman, 2000).

El enfriamiento tras atomización se ha utilizado para microencapsular algunas vitaminas hidrosolubles, sales de hierro y otros medicamentos con el objeto de enmascarar el mal sabor de estas sustancias, para producir microcápsulas de vitamina A y otras sustancias oleosas líquidas transformándolas en sólidos en forma de polvos. También se ha descrito el empleo de esta técnica para recubrir partículas de ácido cítrico, bicarbonato de sodio y otras sustancias de interés farmacéutico con el propósito de modificar algunas características en relación con la sensibilidad a la humedad, la velocidad de disolución o la compatibilidad con otros componentes de una formulación. La microencapsulación por este procedimiento se realiza, en general, suspendiendo el material o ingrediente activo en el material de recubrimiento fundido. El líquido caliente se atomiza dentro de una cámara fría empleando un equipo de secado por atomización, que se opera inyectando aire frío. La velocidad y temperatura de la corriente de aire se ajustan convenientemente con el fin de obtener un congelamiento rápido del líquido atomizado en pequeñas gotas. El material se recolecta en el fondo del aparato en forma de polvo y consiste en partículas más o menos esféricas, cada una de las cuales contiene el ingrediente activo suspendido en una matriz del agente de recubrimiento. Como material de recubrimiento se suelen utilizar sustancias que son sólidas a la temperatura ambiente y que funden sin descomponerse. Entre otras, pueden citarse ceras, ácidos grasos, polímeros, azúcares, etc.

La solubilidad, hidrofobicidad, permeabilidad y otras propiedades del material utilizado como agente de recubrimiento, tienen influencia preponderante en las características del producto final. De la misma manera, tienen gran importancia algunas variables del proceso, tales como la velocidad de alimentación del atomizador, viscosidad del líquido que se atomiza y velocidad del disco que produce la atomización.

Becker y colaboradores han efectuado amplios estudios del procedimiento de enfriamiento tras atomización para producir microgránulos de acción sostenida, como asimismo de los diferentes factores que influyen en la cesión del material activo desde el interior de las microcápsulas (Hellman, 2000).

- Recubrimiento en lecho fluido (Hellman, 2000)

En este procedimiento la microencapsulación se produce al suspender las pequeñas partículas que forman el material activo en un lecho de aire, u otro gas, al mismo tiempo que se dispersa sobre ellas, en forma de fina lluvia, una disolución del material de recubrimiento. La película se forma por evaporación del disolvente el cual a su vez, es separado por el aire o el gas que abandona el

sistema. Este procedimiento - lo desarrolló inicialmente Würster. El aparato en que se lleva a cabo, se denomina cámara de Würster y consiste en una columna vertical, estrecha en la parte inferior y más ancha en la superior. La microencapsulación se realiza introduciendo una corriente de aire desde el fondo; la velocidad del aire en la parte más estrecha de la columna es considerable, de tal manera, que las partículas que van entrando en esta zona, son de inmediato levantadas hacia la parte superior. En la parte más ancha de la columna, la velocidad del aire disminuye notablemente haciendo que el aire no sea capaz de sostener las partículas en suspensión, provocando la caída de éstas hacia la zona central o región de trabajo (Figura 6). La velocidad de la corriente de aire en la zona de trabajo puede ser regulada mediante toberas colocadas a una cierta altura.



Figura 6. Cámara de Würster

La cámara donde se desarrolla el proceso puede construirse de metal, acero inoxidable, vidrio o plástico. En su parte inferior, se encuentra una malla o tamiz inclinado, que recibe la alimentación del material a recubrir en la parte superior encontrándose el dispositivo de salida en la parte inferior de este plano inclinado. Por debajo de la malla se encuentra un sistema que inyecta aire a una determinada presión. También en la parte inferior, se encuentran algunos dispositivos de calefacción, que permiten dar al aire la temperatura deseada. El material de recubrimiento se inyecta en forma de fina atomización en el interior de la cámara y en una posición inmediatamente debajo de la región de trabajo de la columna. Sin embargo, su ubicación puede ser variada de acuerdo a las necesidades de trabajo. Para efectuar el recubrimiento, se introducen las partículas en la parte alta de la malla que se encuentra dentro de la columna; allí las toma inmediatamente la corriente de aire que viene desde el fondo y las levanta hasta la zona de trabajo, donde adquieren un movimiento de turbulencia particularmente apropiado para efectuar el recubrimiento. Se inyecta a continuación la disolución del material formador de película finamente atomizado, el cual se va depositando sobre las partículas y construyendo sobre ellas la cubierta. Cuando las partículas alcanzan un cierto grado de recubrimiento, sobrepasan el peso que soporta la columna de aire y caen sobre la malla, deslizándose en el plano inclinado hacia la zona de salida, de donde pueden retirarse.

El grosor de las cubiertas de los microgránulos y las características del producto final dependen en forma importante del tamaño de las partículas de partida, de la concentración de la disolución de recubrimiento, de la naturaleza del disolvente utilizado para disolver el material que forma la película, de la velocidad de

atomización y de la velocidad y temperatura del aire que se aplica durante el proceso.

La microencapsulación por recubrimiento en lecho fluido se aplica ampliamente como tecnología farmacéutica para producir microgránulos de acción sostenida, para mejorar las características de flujo de las partículas y para el recubrimiento de numerosas sustancias en tecnología de alimentos y otras industrias relacionadas.

- Disco giratorio con orificios múltiples

Este procedimiento aprovecha la fuerza centrífuga para proyectar el material activo contra la película del material que formará la cubierta de la microcápsula. Al chocar las partículas del material activo contra la película, ésta las envuelve produciendo la microencapsulación.

Este procedimiento de microencapsulación se lleva a cabo en un aparato que consiste, esencialmente, en un disco giratorio que tiene dispuestos orificios en su parte externa. La figura 7, representa un esquema del aparato utilizado en la microencapsulación por este procedimiento. El material activo se introduce en el sistema, como lo indica la figura 7, mediante tolvas de alimentación por medio de un dispositivo que lo conduce hasta el centro del disco. Al girar éste, la fuerza centrífuga proyecta el material activo a la periferia, impulsándolo hacia los orificios que están dispuestos en la parte externa del cilindro. Por su parte, el material de recubrimiento se introduce por dispositivos que lo hacen circular en la periferia del cilindro justo en la salida de los orificios que éste posee. Al chocar las partículas con la película de recubrimiento se produce un englobamiento del material activo y cuando las fuerzas centrífugas de la masa del material activo y del material de recubrimiento sobrepasan la fuerza de cohesión de la película, se forman pequeñas cápsulas que se proyectan hacia fuera (Vilstrup 2004).

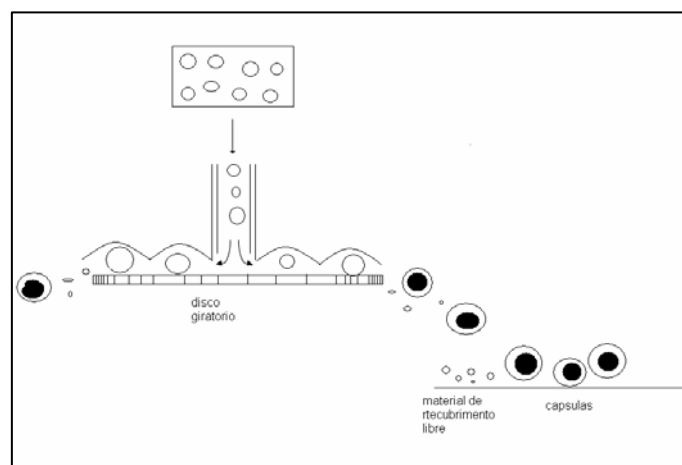


Figura 7. Sistema de microencapsulación por discos giratorios

1.2. Microencapsulación mediante secado por atomización

1.2.1. La operación de secado por atomización

En la industria la obtención de productos en polvo a partir de materiales líquidos se lleva a cabo por medio de un proceso de secado por atomización (Figura 8). El proceso de secado por atomización es capaz de transformar una disolución, una emulsión, una suspensión o una dispersión líquida en un producto totalmente seco y estable. Inicialmente, a) el líquido se introduce en el equipo por medio de una bomba y se atomiza, b) a continuación se elimina el disolvente por medio de una corriente de aire caliente, y c) como paso final los equipos utilizados en la industria presentan compartimentos de deposición de estas partículas para que al final sean recogidos en un vaso o recipiente cerrado. Los bajos tiempos de residencia que se emplean y el efecto refrigerador debido a la evaporación, posibilita trabajar eficazmente con productos sensibles a la temperatura. Las ventajas frente a la liofilización son un rendimiento mayor, unos tiempos de procesamientos más cortos y su menor coste.

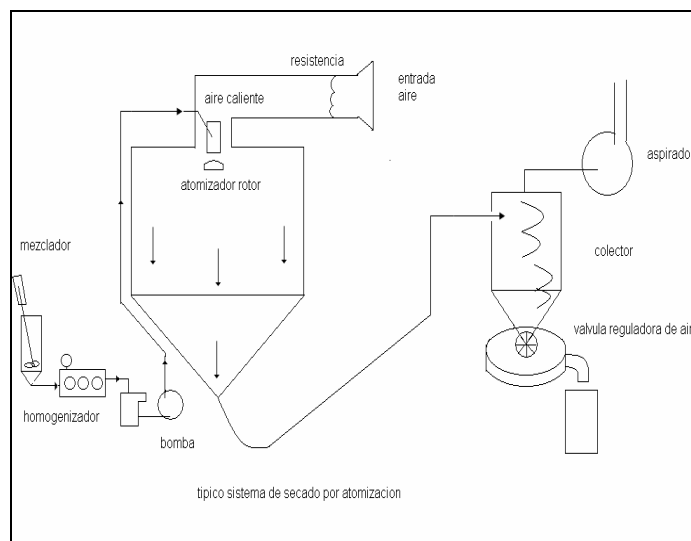


Figura 8. Sistema de secado por atomización típico

El secado por atomización presenta tanto ventajas como inconvenientes (Mujumdar, 1995):

Las principales **ventajas** del secado por atomización son:

1. Control de los parámetros de calidad del producto así como especificaciones concretas.
2. Los alimentos sensibles al calor, los productos biológicos, y los productos farmacéuticos se pueden secar a presión atmosférica y a bajas temperaturas. A veces, se emplea la atmósfera inerte.
3. El secado por atomización permite la producción de grandes cantidades en la operación continua y con un equipo relativamente simple.

4. El producto entra en contacto con las superficies del equipo en condiciones anhidras, simplificando así los problemas de la corrosión y de selección de materiales costoso en la construcción del equipo.
5. Produce partículas relativamente uniformes, esféricas y con casi la misma proporción de compuestos que en la alimentación líquida.
6. Puesto que la temperatura de funcionamiento del gas puede extenderse de 150 a 600 °C, la eficacia es comparable a la de otros tipos de secadores directos.

Las **desventajas** del secado por atomización son:

1. Falla si se requiere un producto a granel de alta densidad.
2. En general no es flexible. Una unidad diseñada para la atomización fina puede no poder producir un producto grueso, y viceversa
3. Para una capacidad dada, se necesita generalmente una evaporación mayor que con otros tipos de secadores.
4. Hay una alta inversión inicial comparada a otros tipos de secadores continuos.

Veamos en detalle las **tres etapas** del proceso de secado por atomización indicadas anteriormente: a) Atomización, b) Mezcla del aerosol-aire y evaporación de la humedad del producto, c) Separación del producto seco del aire de salida, así como los equipos utilizados en cada una de ellas:

a) Atomización

La atomización es la operación más importante del proceso de secado, pudiendo emplearse diversas formas de energía para dispersar un líquido en partículas finas. El tipo de atomizador determina no sólo la energía requerida para formar el aerosol sino también el tamaño y la distribución de tamaño de las gotas y de su trayectoria y velocidad, así como el tamaño de partícula final. La predicción acertada del tamaño de la gotita permite controlar las características del polvo según lo deseado. El tamaño de la gota establece la superficie del traspaso térmico disponible y así la tarifa de secado.

La selección del tipo de atomizador depende de la naturaleza y de la cantidad de alimentación y de las características deseadas del producto secado. Cuanto más alta es la energía para la dispersión, más pequeñas son las gotitas generadas (Mujumdar, 1995).

La industria alimentaria utiliza normalmente tres tipos de atomizadores para el secado: ruedas giratorias, boquillas a presión de un fluido, e boquillas a presión de dos fluidos. En la tabla siguiente se comparan los rangos de tamaños de gota que se pueden obtener con cada uno de estos atomizadores.

Tabla 1. Rango de tamaños de gota obtenidos en el atomizado

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

Los más usados a nivel industrial son los atomizadores de rueda giratoria y los atomizadores de boquilla a presión de un líquido. El diseño del cilindro de secado (compartimento de secado) está influenciado por el tipo de atomizador utilizado.

Las características de los atomizadores se explican a continuación.

- Ruedas giratorias

El diámetro del orificio de atomización y las revoluciones de la rueda influyen en el tamaño de la partícula resultante (Figura 9). El tamaño de partícula puede ser variado cambiando la velocidad del atomizador con respecto a la velocidad periférica de la rueda. Una rueda con un diámetro grande que funciona a una velocidad fija producirá partículas pequeñas, mientras que una rueda de diámetro pequeño que funcione a la misma velocidad fija producirá partículas más grandes.

La rueda tiene pocas aberturas para que la alimentación líquida salga de la rueda. Esto da lugar a una mayor cantidad de alimentación que es forzada fuera de cada agujero, así se crea una partícula más grande (aproximadamente 30-50 micras).

El sistema utiliza un compartimento de secado con una relación longitud/diámetro baja, que permite que las partículas se sequen en una dirección horizontal antes de golpear las paredes.

- Boquillas a presión de un fluido

La boquilla a presión de un fluido crea el aerosol como consecuencia de presiones que oscilan de 5 a 7 MPa (50-70 bar) y que ejerce el líquido al pasar a través del orificio del boquilla. El líquido entra por la base de la boquilla tangencial y deja el orificio en forma de un cono hueco con un ángulo que varía de 40° a 140° (Figura 9). El diámetro del orificio es generalmente pequeño, de 0.4 a 4 milímetros, y la capacidad generalmente de la boquilla no excede 100 litros/h. Cuando el caudal de entrada es elevado, se pueden utilizar varias boquillas en el compartimento de secado. El compartimento de secado suele tener una relación longitud/diámetro alta.

Con este tipo de boquilla es posible producir las gotitas dentro de una gama estrecha de diámetros, y las partículas secadas son generalmente esferas huecas. Las boquillas de presión de un fluido no son convenientes para suspensiones altamente concentradas y materiales abrasivos debido a su tendencia a obstruir y a erosionar el orificio de la boquilla. El consumo de energía de un boquilla de presión es muy bajo en comparación con el del atomizador de rueda (Mujumdar, 1995).

- Boquillas a presión de dos fluidos

El sistema de dos fluidos utiliza una boquilla que trabaja con aire comprimido o vapor para atomizar el líquido. En este caso la alimentación se mezcla con el aire fuera del cuerpo de la boquilla. El ángulo del aerosol se extiende de 20° a 60° y depende del diseño de la boquilla. Aproximadamente son necesarios 0.5 m³ del aire comprimido para atomizar 1 kilogramo de líquido. La capacidad de una sola boquilla no excede generalmente los 1000 kg/h de alimentación. Los aerosoles de alimentaciones poco viscosas se caracterizan por tamaños de gotita de medio a bajo y un alto grado de homogeneidad. Con alimentaciones altamente viscosas, se producen tamaños más grandes de la gotita pero la homogeneidad no es tan alta. Estas boquillas producen gotitas pequeñas o grandes según el cociente del aire-líquido. El alto coste del aire comprimido (rango de presiones, 1.5-8 bares) llega a ser importante para la economía de estas boquillas, que tienen el consumo de energía más alto de los tres tipos de atomizadores (Mujumdar, 1995).



Figura 9. Por orden: imágenes de atomizador de rueda giratoria, boquilla a presión de un fluido y boquilla a presión de dos fluidos

- Boquilla atomización de tres fluidos

En este caso la alimentación proviene de dos fluidos independientes que se mezclan con el aire fuera del cuerpo de la boquilla. La boquilla de tres fluidos consiste en una boquilla que trabaja con aire comprimido por la vía exterior, y por las otras dos el encapsulante y el material activo de manera separada. En la figura 9 se puede observar en detalle la disposición de las vías en la boquilla.

- A. Líquido interior
- B. Líquido exterior
- C. Aire

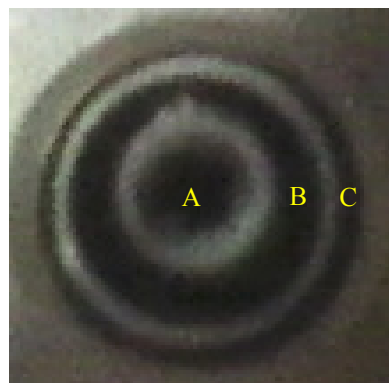


Figura 10. Detalle del extremo exterior de la boquilla de tres fluidos.

b) Mezcla del aerosol-aire y evaporación de la humedad del producto

Los equipos utilizados en la industria para el secado presentan un compartimento al que llega el líquido atomizado por el pulverizador. Este compartimento que tiene normalmente forma de cilindro es el encargado de llevar a cabo:

- El secado del producto eliminando el disolvente
- El paso de la corriente de aire y partículas finas al siguiente compartimento para la separación de las partículas secas.

La forma del cilindro de secado depende del tipo de atomizador empleado porque el ángulo del aerosol determina la trayectoria de las gotitas y por lo tanto el diámetro y la altura del compartimiento de secado (Snow, 2003).

Un factor importante en el diseño de un secador por atomización es la manera en la que el atomizado se pone en contacto con el aire de secado, pues influye en el comportamiento de las gotas durante el secado y por tanto en las propiedades del producto seco. La mezcla es un aspecto importante y define el método de secado por atomización. Podemos distinguir tres posibilidades en el secado por atomización (figura 11):

- Flujo co-corriente: El material se atomiza en la misma dirección con la que el flujo de aire caliente pasa por el aparato. Las gotas entran en contacto con el aire caliente cuando tienen el mayor contenido en humedad. El producto se trata con cuidado debido a la rápida vaporización.
- Flujo contracorriente: El material se atomiza en dirección opuesta al flujo de aire caliente. En este caso el aire caliente va hacia arriba y el producto cae aumentando mucho su temperatura y eliminando la humedad residual. Este método solo es válido para compuestos termoestables.
- Flujo combinado: Se combinan las ventajas de ambos métodos de atomización. El producto se atomiza hacia arriba y solo permanece en la zona de aire caliente por un tiempo corto para eliminar la humedad residual. Entonces la gravedad lleva al producto a la zona más fría.

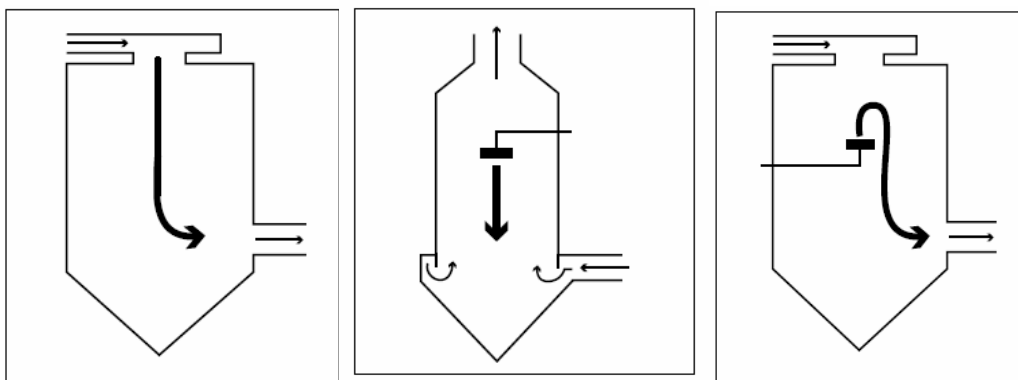


Figura 11: Tipos de flujo. Por orden: flujo co-corriente, contracorriente y combinado

c) Separación del producto seco del aire de la salida

En esta fase se produce el paso de las partículas y el aire que las acompaña a través de un compartimento con una forma característica denominado ciclón o Ventura (figura 12).

Dentro del ciclón la fuerza centrífuga se emplea para mover las partículas hacia la pared y para separarlas del aire alrededor del eje. El aire y las partículas avanzan formando un espiral hacia abajo del venturi. De acuerdo con las fuerzas de inercia, las partículas se separan del aire al chocar con la pared del ciclón. Estos ciclones tienen un vaso de recogida en su parte inferior que recibe las partículas. Por la parte superior del ciclón sale el flujo de aire limpio que ya no contiene partículas de producto (o contiene pocas) siguiendo un sentido ascendente. Pueden utilizarse equipos de secado con uno o varios ciclones (Snow, 2003). Otros sistemas de separación son precipitadores electrostáticos y filtros textiles (bolsas).

Dos características se utilizan para definir el funcionamiento del ciclón. Son el diámetro crítico de la partícula (tamaño de partícula que se separa totalmente de la corriente del aire) y el diámetro de la partícula para el cual se alcanza 50 % de eficiencia. La separación de partículas se realiza en el rango de 5 a 100 micras.

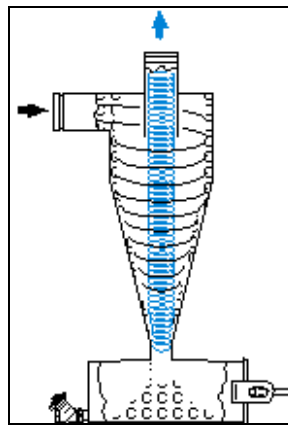


Figura 12. Esquema de un ciclón utilizado para la separación de partículas

1.2.2. Principales variables del proceso de secado por atomización

- **Caudal del líquido de entrada.** El caudal de entrada del líquido a atomizar al equipo de atomización se regula por medio de una bomba peristáltica, en el caso de una boquilla de dos fluidos. Este caudal afecta a la atomización.
- **Caudal de aire de atomización.** Este aire es suministrado por un compresor, y el caudal se regula atendiendo a la lectura de un rotámetro que nos indicará el caudal de aire utilizado para el atomizado. Este caudal de aire lo utiliza una boquilla de dos flujos y afecta a la atomización.
- **Temperatura y humedad del aire de entrada al cilindro de atomización (T_{inlet}).** Esta temperatura se puede controlar mediante la resistencia eléctrica del equipo.

- **Caudal de aire de secado.** El caudal de aire de secado indica el aire que entra en el cilindro de pulverización para realizar el secado. El caudal real depende de la pérdida de presión del conjunto del sistema.

Las condiciones utilizadas para el secado por atomización: caudal del líquido de entrada, temperatura y humedad del aire de entrada, caudal de aires de secado y la aspiración, van a influenciar sin lugar a dudas las características del producto en polvo obtenido:

- Humedad final del producto
- Rendimiento de producción
- Temperatura de salida
- Tamaño de partícula

La optimización de estos parámetros se hace generalmente por un proceso de "ensayo y error", si bien es posible predecir la influencia de cada una de estas variables de manera individual. La influencia de cada una de estas variables en el secado por atomización se presentan en la Tabla 2 (Máster, 2002).

Tabla 2. Influencia de las variables del secado por atomización

Parámetro /Dependencia	Caudal alto del aire de secado	Humedad del aire de entrada alta	Temperatura de entrada elevada
Humedad final del producto	Mayor humedad pues baja la presión parcial del agua evaporada (↑↑)	Mayor humedad del producto pues hay una presión parcial más alta del aire de secado (↑↑)	Menor humedad por menor humedad relativa del aire de entrada (↓↓)
Rendimiento de producción	Mayor rendimiento en la separación en el ciclón (↑↑)	Menor rendimiento pues más humedad puede conducir al pegado del producto (↓)	Mayor rendimiento pues se evita la eventual pegajosidad (↑)
Temperatura de salida	Mayor temperatura pues hay menos pérdidas de calor basadas en la entrada total de energía (↑↑)	Mayor temperatura pues hay más energía almacenada en humedad (↑)	Mayor temperatura de salida pues hay una proporción directa (↑↑↑)
Tamaño partícula	No afecta	No afecta	No afecta

Tabla 2 (continuación). Influencia de las variables del secado por atomización

Parámetro /Dependencia	Caudal de aire de atomización alto	Caudal del líquido de entrada alto	Alta concentración de solutos a atomizar
Humedad final del producto	No afecta	Mayor humedad pues más agua conduce a una presión parcial más alta (↑↑)	Menor humedad pues habrá menos agua para evaporar, menor presión parcial (↓)
Rendimiento de producción	No afecta	Depende de la aplicación (↑↓)	Mayor rendimiento pues partículas más grandes conducen a una mejor separación (↑)
Temperatura de salida	Más cantidad de aire fresco que tiene que calentarse (↓)	Menor temperatura pues se evapora más cantidad de agua (↓↓)	Mayor temperatura pues es menor la cantidad de agua evaporada (↑↑)
Tamaño partícula	Disminuye el tamaño pues aumenta la energía para la dispersión del fluido (↓↓↓)	Mayores partículas pues hay mayor cantidad de fluido a dispersar (↑)	Mayor tamaño de las partículas secadas pues hay mas producto (↑↑↑)

1.3. Microencapsulación de zumos mediante secado por atomización.

1.3.1. Los zumos y su microencapsulación.

El secado por atomización de los zumos de fruta es una operación de proceso en un solo paso que transforma los zumos en un producto en polvo. La formulación en polvo facilita el transporte al reducir el peso, y también preserva el producto de la degradación bacteriana al disminuir drásticamente la actividad de agua.

Los zumos presentan por naturaleza un elevado contenido de azúcares como glucosa y fructosa y ácidos orgánicos como ácido cítrico, málico y tartárico, lo que les confiere una característica diferencial a la hora de conseguir que un zumo por eliminación de su contenido en agua se transforme en una presentación en polvo. Estos compuestos tienen temperaturas de transición vítrea bajas y ya sea con los secadores por atomización utilizados en la industria alimentaria para transformar disoluciones, emulsiones o dispersiones de un producto (estado líquido) en productos en polvo, o bien por el uso de liofilizadores, nos encontramos con los problemas de pegajosidad (“stickiness”) y de elevada higroscopicidad con los productos obtenidos. El término “stickiness” hace referencia a los fenómenos de cohesión partícula-partícula y de adhesión partícula-pared

que presentan los polvos obtenidos, que dificulta su presentación en estado de polvo y mancha las paredes de los cilindros de pulverización. Al quedar en la pared del compartimiento de secado como un jarabe da lugar a bajas producciones del producto y a problemas operacionales. La cohesión es una propiedad interna del polvo y una medida de las fuerzas que mantienen unidas las partículas, mientras que la adhesión es una propiedad interfacial y una medida de las fuerzas que mantienen las partículas unidas a otro material. La mayor causa de la pegajosidad en polvos amorfos de zumos es la acción plastificante del agua en la superficie, que da lugar a la adhesión y cohesión.

Este fenómeno depende no sólo de las propiedades de los materiales sino también de las condiciones aplicadas en el secado. La evaporación rápida en el secado por atomización produce partículas en estado amorfo que presentan una temperatura de transición vítrea (T_g). T_g es una medida de un fenómeno de transición de fase, donde un material pseudo-líquido pegajoso (gomoso) se transforma en un material pseudo-sólido en estado vítreo. La transición ocurre a lo largo de un rango de temperaturas entre la temperatura de transición vítrea inicial ($T_{g\ onset}$) y la final ($T_{g\ endset}$). Este intervalo varía entre 10 y 30 °C. Imaginemos un material pseudo-líquido (pegajoso) que se está moviendo hacia el estado pseudo-sólido vítreo (no pegajoso). Cuando la temperatura en la superficie de una gota atomizada (T_d) es mucho mayor que la T_g , esta gota presenta una fuerza cohesiva baja (fluidez alta) comparada con la fuerza adhesiva en la interfase gota-equipos. Cuando la temperatura está cercana a la T_g final la fuerza cohesiva del material aumentará sustancialmente debido a la menor fluidez. Cuando la temperatura del material cae por debajo de la temperatura vítrea inicial se completa la transición y se obtiene un material vítreo. Puesto que la transición vítrea ocurre en un rango de temperatura, es necesaria una escala de tiempo para completar el proceso. Resulta razonable establecer una temperatura de compensación que ofrezca una escala de tiempo suficientemente larga que permita la transición. Un valor de 10 °C de compensación de temperatura permite un tiempo suficiente para conseguir un estado seguro de no adhesión.

El alto contenido de azúcares de bajo peso molecular y ácidos orgánicos disminuye la temperatura de transición vítrea (T_g) por debajo de la temperatura del producto (T_p), incluso a la temperatura de salida del secado. Esto conlleva a la existencia de un estado pseudo-líquido de material amorfo, que es responsable de la cohesión interpartículas y de la adhesión de las partículas a las paredes del cilindro de atomización. Cuanto mayor sea esta diferencia de temperatura ($\Delta T = T_p - T_g$) mayor será el grado de pegajosidad.

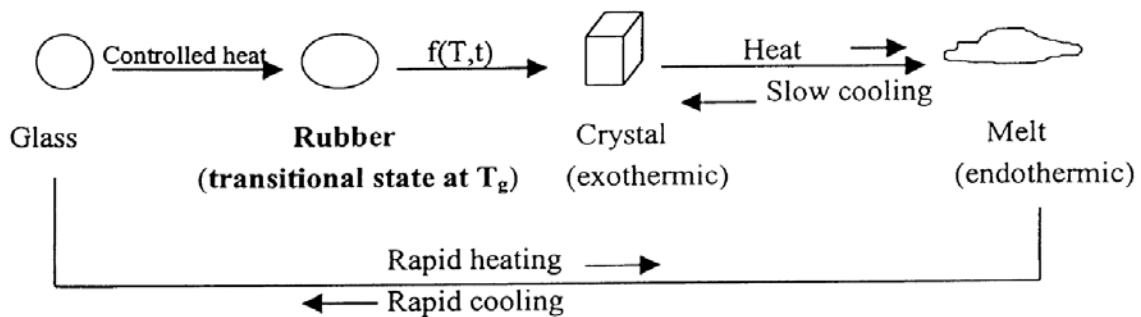


Figura 13. Esquema de la transición vítrea.

Una solución a este problema de pegajosidad es el uso de cilindros de pulverización de doble pared o el uso de aire seco para enfriar. Otra solución al problema es la utilización de productos ayudantes de secado. Estos ayudantes de secado son productos envolventes

o encapsuladores que mezclados con la muestra líquida evitan la pegajosidad y aglomeración del producto obtenido.

La estructura amorfa o semi-cristalina del producto seco debe mantenerse durante el almacenaje para evitar la pérdida de calidad del producto. Cualquier cambio en su transición vítrea afecta a las cualidades físico-sensoriales del producto, el cual también se deteriora por aumento en reacciones bioquímicas. Los ejemplos de algunos de los cambios indeseables que ocurren en los productos en polvo se presentan en la figura 14.

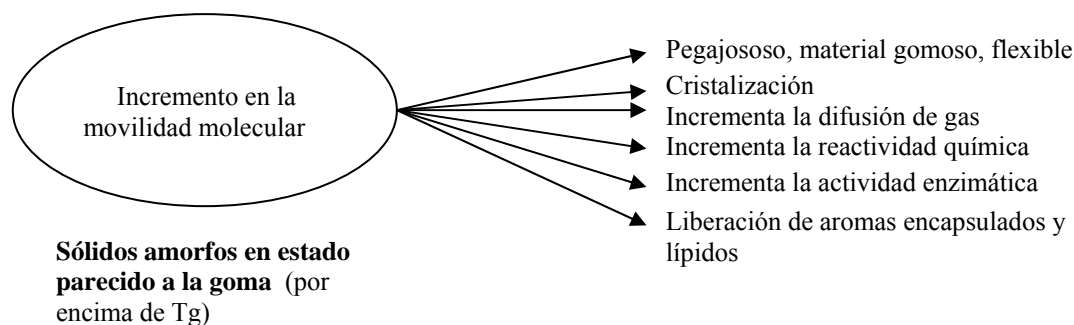


Figura 14. Esquema de las propiedades que se afectan con la Tg

Los encapsulantes comunes utilizados en la industria incluyen los carbohidratos, las gomas y los ésteres de celulosa. Las ayudantes de secado más ampliamente utilizadas para obtener polvos del zumo de fruta son productos de almidón parcialmente hidrolizados. Estos polímeros de la D-glucosa tienen un sabor neutro, color blanco, carecen de olor, son fácilmente digeridos y son bien tolerados. Se clasifican generalmente según su grado de hidrólisis, expresado como equivalentes de dextrosa (DE). Las maltodextrinas tienen un DE de menos de 20, según la agencia alimentaria de los Estados Unidos (sustancias directas del alimento afirmadas como GRAS; Párrafo 184.14444 de 21 CFR), mientras que los polímeros de glúcidos con DE mayores de 20 se consideran como jarabes de glucosa (endulzantes y jarabes de glucosa; Párrafo 168.121 de 21 CFR).

Para el secado por atomización de zumos se han utilizado maltodextrinas y jarabes de glucosa. Señalar como ejemplos el secado por atomización de zumo de sandía con maltodextrinas 9 DE (Quek et al., 2007), de zumo de piña con maltodextrina 10 DE (Abadio et al., 2004), de zumo de mango con maltodextrina 20 DE (Cano-Chauca et al., 2005), o de zumo de acerola con jarabe de glucosa 25 DE (Righetto and Netto, 2005).

Aun cuando se ha investigado mucho sobre el proceso de secado por atomización, todavía sigue siendo un proceso con algunas incertidumbres y dificultades. Una razón es la alta influencia en el comportamiento de secado de las características de los materiales y otro es la compleja dinámica de fluidos en el secador por atomización.

Obtener zumos en polvo es muy atractivo desde el punto de vista industrial, es un sector con gran proyección, encontrándose muchas aplicaciones tanto en el sector de la alimentación como en el de productos nutraceuticos y de cosmética. Entre las industrias que comercializan zumos en polvo podemos destacar a DIANA NATURAL (Antrain, Francia). Esta empresa esta especializada en obtener frutas y vegetales en polvo para su uso en golosinas, yogures, bebidas funcionales, bebidas instantáneas..., así como en

“medicina natural” y nutraceuticos (quimioprevención), El Grupo Empresarial Agraz (Badajoz, España), cuenta entre sus productos más destacados el tomate en polvo.

En la figura 15 se muestran fotografías de algunos de los productos ofrecidos por estas empresas.



Figura 15. Algunos productos de microencapsulación comerciales

1.3.2. Microencapsulación del zumo de frutos de *Opuntia* (higos chumbos)

- El valor de los higos chumbos

Originaria de América, la chumbera fue llevada por los españoles a Europa y desde allí distribuida hacia otros países del mundo. Los principales productores mundiales son Méjico, Italia, España, el norte de África, Chile y Brasil, país donde se la cultiva sólo para forraje, ya que sus palas o pencas son ricas en agua y contienen además sales minerales (calcio, fósforo, hierro) y vitaminas (sobre todo la vitamina C).

El higo chumbo es una baya carnosa de forma de huevo, y su tamaño y color puede variar según la especie, aunque siempre es verde y va cambiando de color cuando madura. Los higos chumbos presentan espinas finas y frágiles de 2 a 3 mm de longitud. Son comestibles, agradables al paladar y de sabor dulce. Su pulpa es gelatinosa, conteniendo numerosas semillas.

El higo chumbo posee un valor nutritivo superior al de otras frutas en varios de sus componentes. Aporta unas 65 calorías por cada 100 g. de fruta, 3 g de proteínas, 0,20 g de grasas, 15,50 g de carbohidratos, 30 mg de calcio, 28 mg de fósforo y vitaminas (caroteno, niacina, tiamina, riboflavina y ácido ascórbico). Los extractos de frutos de higo chumbo tienen una alta concentración de ácido ascórbico, más alta incluso que de carotenoides. El ácido ascórbico total contenido está en un rango desde 10 a 11 mg/g de peso fresco en higo chumbo de piel púrpura y de 23 a 79 mg/g de peso fresco en frutos de piel roja, con lo que se considera más alta que la media de vitamina C contenida en frutos comunes, tales como albaricoques, uvas o manzanas.

Además de consumirse fresco como cualquier pieza de fruta, se utiliza para la fabricación de mermeladas y jaleas, néctar, alcoholes, vinos y colorantes, así como para fabricar una gran variedad de productos cosméticos.

Además de su consumo como fruta, las culturas prehispánicas dieron una gran importancia al uso medicinal de las chumberas, así bebían el jugo de la fruta para eliminar las fiebres, o para reducir el exceso de bilis. Las pencas asadas se usaban como cataplasma para aliviar dolores, curar inflamaciones o calmar un dolor de muelas. La pulpa del higo chumbo se utilizaba para cortar las diarreas...

En el mundo, como puede verse en la Figura 16, el género *Opuntia* cuenta con un gran número de especies (puntos de color amarillo) y que dan lugar a una elevada variedad de frutos, tal y como se muestra en la imagen.



Figura 16. Distribución del género *Opuntia* por el mundo

Esta gran diversidad de frutos, algunos muy poco estudiados, hace que su investigación sea interesante y de gran actualidad.

- *O. stricta* como fuente de colorante y nutraceuticos

El rojo remolacha o betanina es un colorante alimentario calificado como aditivo E-162, que se extrae de la remolacha roja. Recientes investigaciones realizadas con varias especies del género *Opuntia*, nos revelan que algunas especies se presentan como una alternativa a la producción del colorante betanina. En concreto *Opuntia stricta* es una eficaz fuente de pigmentos de betacianina. *O. stricta* contiene altos niveles de betanina (800 mg kg^{-1}), como cinco veces más altos que los encontrados en los frutos rojos de *Opuntia ficus-indica* e incluso mayor que los mostrados por variedades de remolacha roja comercial utilizadas por su color púrpura. El extracto de *O. stricta* contiene betanina e isobetanina como betacianinas mayoritarias, los mismos pigmentos que existen en la remolacha roja (Castellar *et al.*, 2003).

La importancia de los pigmentos rojos de higo chumbo como componente funcional radica no solo en su capacidad como fuente de colorante para uso alimentario sino que las betaninas poseen capacidad antioxidante, lo que incrementa su importancia por la tendencia del consumo de alimentos saludables (Obón *et al.*, 2003).

En la actualidad uno de los colorantes más utilizados en la industria alimentaria para dotar a los alimentos de color rojo se extrae de la remolacha roja. Sin embargo, el colorante de remolacha roja presenta una serie de desventajas con respecto a otros colorantes naturales alimentarios. Su mal olor, debido a la presencia de geosmina y el 3 sec-butilo-2-metoxipirazina, es un factor a tener en cuenta, así como su elevado contenido en nitratos. Este hecho puede requerir un tratamiento adicional para eliminar este mal aroma.

Una alternativa a la utilización de esta remolacha roja sería el colorante obtenido de frutos de *Opuntia*. Si comparamos la remolacha roja con *Opuntia*, esta última ofrece considerables ventajas tecnológicas y sensoriales como fuente de betaninas. Los higos chumbos poseen un gran aroma y sabor a fruta fresca y poseen mejores propiedades nutricionales que la remolacha roja. Además los higos chumbos no muestran toxicidad, sus pigmentos no provocan ninguna reacción alérgica y este colorante puede ser utilizado sin necesidad de someterse a la certificación como colorante alimentario, debido a que posee la misma composición química que el colorante rojo de remolacha. Así, el colorante rojo obtenido de *Opuntia* también podría catalogarse como E-162 (Castellar *et al.*, 2006).

A continuación se presentan fotos de la planta y frutos de *Opuntia stricta*, figuras 17 y 18 donde se aprecia un fruto bastante coloreado, indicando su alto contenido en pigmentos. Los frutos de *Opuntia stricta* son pequeños con una medida de 2,5 cm × 6 cm de media, poseen una delgada piel y tienen un número de semillas muy bajo si los comparas con las especies *O. undulata* y *O. ficus-indica* (Castellar *et al.*, 2003).



Figura 17. Fotografía de una planta de *Opuntia stricta*



Figura 18. Fotografía de frutos de *Opuntia stricta*

Con respecto a los componentes de interés nutricional (ver Tabla 3) es de destacar que el perfil de estos frutos es similar al de otros de origen tropical. Señalar que el pH es ligeramente inferior al de otras especies del mismo género. Los azúcares totales están en la zona baja del intervalo mostrado por estos frutos, que oscila entre 11.5 y 17 °brix. La composición de azúcares individuales revela la presencia mayoritaria de glucosa y fructosa en cantidades relativamente altas (Obón *et al.*, 2003).

Tabla 3: Características químicas de frutos de *Opuntia stricta*

Parámetro analizado	Valor
pH	3.8
Sólidos solubles (°Brix)	11.5
Glucosa (g/100 g peso fresco)	5.5
Fructosa (g/100 g peso fresco)	3.8
Pigmentos (mg/100 g peso fresco)	80.1
Fibra (%)	3.9
Ca (mg/100 g peso fresco)	34.8
K (mg/100 g peso fresco)	76.1

A partir de los frutos de *O. stricta* se ha obtenido un extracto acuoso concentrado que presenta una elevada fuerza de color (3.9, OD 535nm, 1% v/v), una elevada concentración de betanina (4.7 g/l), una baja viscosidad (59 cP) y una elevada estabilidad al almacenamiento ($t_{1/2}$ =236 días, a 4°C). Estas características hacen que este extracto concentrado sea similar a otros extractos líquidos comerciales estudiados de remolacha roja, zanahoria roja o de hollejo de uva roja (Castellar *et al.*, 2006).

Los parámetros de color CIELAB del extracto de *Opuntia stricta* son L^* =69.8, a^* =59.7 y b^* =-23.5. Estos valores indican que *Opuntia stricta* presenta un color vivo purpura-rojizo que le hacen distinguirse de los colores ofrecidos por otros colorantes comerciales como remolacha roja, rojo cochinilla, encianina, hibisco, lombarda o baya de sauco (Castellar *et al.*, 2006).

- Microencapsulación de zumos de frutos de *O. stricta*.

Como se ha explicado anteriormente el zumo de frutas de *Opuntia stricta* es una fuente potencial de betanina que se puede utilizar como colorante natural alimentario. En trabajos previos realizados en el Departamento de Ingeniería Química y Ambiental se ha obtenido un colorante en polvo de los zumos de fruta de *O. stricta* mediante un secador por atomización a escala laboratorio trabajando en flujo co-corriente y con una boquilla de dos fluidos. Se utilizó jarabe de glucosa DE 29, como ayudante de secado. Las condiciones óptimas para el secado por atomización fueron las siguientes: contenido del zumo (el 20% v/v; Brix 1.2), contenido de ayudante de secado (peso/volumen del 10%), el caudal de entrada de líquido (0.72 l/h), caudal de corriente del aire de atomización (0.47 m³/h) y temperatura de secado a la entrada de 160 °C.

Los resultados de este estudio revelan que el color se conserva durante el proceso de secado (> 98%) y el rendimiento de secado es del 58%. El colorante en polvo tiene una alta fuerza de color (4.0, O.D. 535 nm 1% p/v), siendo este valor de fuerza del color estable cuando se almacenaba a temperatura ambiente durante un mes.

Este colorante fue aplicado con éxito en dos tipos de alimentos modelo: un yogur y un refresco. Los alimentos presentaron una tonalidad rojo-púrpura viva muy atractiva para los consumidores que se mantenía invariable después de un mes refrigerado (Obón et al., 2009).

- Fructo-oligosacáridos e inulinas como ingredientes funcionales

Los fructooligosacáridos (FOS), la inulina y otros carbohidratos relacionados como los galacto-oligosacáridos, han recibido una atención considerable debido a las propiedades prebióticas asociadas a su consumo. Estos carbohidratos prebióticos se definen como ingredientes no digeribles de los alimentos que benefician la salud del consumidor estimulando el crecimiento y/o la actividad del cierto número de bacterias de la flora intestinal. Entre las bacterias intestinales residentes que son estimuladas por prebióticos están varios lactobacilos y bifidobacterias. Así, los prebióticos, solamente o combinados con las bacterias probióticas bajo la forma de simbiótico, recientemente se ha reconocido que tienen la capacidad de mejorar la salud gastrointestinal de los seres humanos.

Se ha descrito el uso de fibras naturales de cítricos como ayudantes de secado para obtener colorantes bioactivos de flores de *Hibisco* (Chiou y Langrish, 2007). Siguiendo con esta línea abierta de obtener colorantes bioactivos, en el presente trabajo se propone el uso del fructooligosacáridos e inulinas como agentes encapsulantes. La combinación de estos prebióticos, con el zumo de fruta crea un producto nutracéutico muy interesante para el desarrollo de nuevos alimentos funcionales. Así, la sustitución de las maltodextrinas como ayudantes del secado o la combinación de éstas con fructooligosacáridos e inulinas permitirá obtener colorantes en polvo prebióticos que permitan un desarrollo importante para el sector alimentario.

2. Objetivos

El objetivo principal de este trabajo es producir un colorante alimentario funcional rojo-púrpura en polvo a partir del zumo de frutos de *Opuntia stricta*. Así, partiendo del zumo de un fruto rico en un colorante rojo-púrpura como es la betanina, se busca obtener un producto en polvo con prebiótico que pueda ser empleado como nutracéutico.

Este producto que presenta una coloración rojo-púrpura viva puede aplicarse no solo como nutracéutico sino también como colorante en la elaboración de yogures, helados, golosinas, postres de gelatina, etc., dando tonalidades que se asemejan al color de las frutas del bosque.

Para conseguir el colorante en polvo se van a utilizar fructooligosacáridos, inulinas, maltodextrina y jarabe de glucosa anhidro como agentes ayudantes de secado y un equipo de secado por atomización a escala laboratorio Mini Spray Dryer B-290 (Büchi, Suiza) equipado con una boquillas de atomización de dos vías y con una de tres vías.

Para conseguir este objetivo global se van a ir abordando los siguientes objetivos parciales:

- 1) Encontrar las condiciones adecuadas de secado por atomización de zumo de frutos de *Opuntia stricta* utilizando el Mini Spray Dryer B-290 con boquilla de dos vías, comparando el uso, como ayudantes de secado, de fructooligosacáridos e inulinas frente a las maltodextrinas.
- 2) Determinar las temperaturas de transición vítrea de fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas, para intentar correlacionar estos valores con el comportamiento de los ayudantes de secado en el secado por atomización.
- 3) Optimizar la relación encapsulante/zumo de *Opuntia stricta* para conseguir un microencapsulado en polvo con elevados rendimientos en producto y alta intensidad de color. En el secado por atomización la temperatura del aire de entrada a 160 °C, el caudal de aspiración (90% del máximo), el caudal de aire de atomización (4 cm) y el caudal de alimentación (40% del máximo) se mantendrán constantes.
- 4) Optimizar el secado por atomización del zumo de frutos de *Opuntia stricta* con el fructooligosacárido Beneo P95. Se utilizará la mejor relación encapsulante/zumo y se estudiará el efecto del caudal de aire de atomización (3-5 cm), del caudal de alimentación (30-50% del máximo) y de la temperatura (160-200 °C).
- 5) Realizar un estudio preliminar que optimice el secado por atomización de zumo de *Opuntia stricta* con el fructooligosacárido Beneo P95, utilizando el Mini Spray Dryer B-290 con boquilla de tres vías.

3. Materiales y Métodos

Métodos de trabajo y materiales utilizados en cada uno de ellos

3.1. Productos químicos

Entre los productos químicos usados para la microencapsulación están: fructo-oligosacaridos, inulinas y maltodextrinas.

Fructoligosacaridos-Inulinas:

- Beneo P95 (Oligofructose >93% (2-8 dp; dp: grado de polimerización) (FFn + GFn), Glucose+fructose+sucrose < 7%); (Beneo-Orafti, Barcelona, España). Se obtiene por hidrólisis de inulina de achicoria.
- Actilight (Oligofructose > 95% (3-5 dp, GF₂ 37%, GF₃ 53% y GF₄ 10%), Glucose+fructose+sucrose 5%) (Bejhin-Meiji Industries, Japón). Se obtiene por biosíntesis a partir de sacarosa.
- Beneo HSI (Oligofructose 60% (2-10 dp), Inulin > 26% (> 10 dp), Glucose+fructose+sucrose < 14%) (Beneo-Orafti, Barcelona, España)
- Beneo Synergy (Oligofructose xx%, Inulin xx%, Glucose+fructose+sucrose < 6-10%) (Beneo-Orafti, Barcelona, España)
- Beneo ST (STandard inulin) (Inulin 92%, (> 10 dp; 10-60), Glucose+fructose < 4; sucrose < 8%) (Beneo-Orafti, Barcelona, España)
- Beneo HP (High Performance inulin). (Inulin 100%, (> 23 dp), Glucose+fructose+sucrose < 0.5%) (Beneo-Orafti, Barcelona, España)

Maltodextrina: Glucidex 6DE (Roquette Laisa, Valencia, España).

Jarabe de glucosa anhidro: Glucidex 29DE (Roquette Laisa, Valencia, España).

3.2. Material vegetal: frutos de *Opuntia stricta*

La recolección de los frutos de *Opuntia stricta* se llevó a cabo en Murcia a finales de febrero cuando su grado de maduración era avanzado. Una vez en el laboratorio se lavan cuidadosamente eliminando los gloquídios, y se introducen en bolsas herméticas en un arcón congelador a una temperatura de – 20 °C, donde se guardan hasta su uso.

3.3. Preparación de zumo de frutos de *Opuntia stricta*

Los frutos de *Opuntia stricta* se sacan del congelador, se los deja unos 30 minutos aproximadamente para que se descongelen y acto seguido se homogeneizan con un homogeneizador ultraturax modelo Ika Labortechnik T25 basic (Ika, Alemania) a una velocidad de unas 3000 a 4000 rpm.

Para obtener el zumo se hace necesaria la centrifugación de las muestras. En este proceso se eliminan los restos vegetales insolubles, semillas y parte de mucílagos. La centrifugación se realiza en una centrifuga refrigerada modelo Z 383 K (Hermle, Alemania) a razón de 15000 rpm durante quince minutos. El zumo, una vez decantado, se guarda en botes de plástico estériles de 100 ml de capacidad.

Este zumo envasado se guarda en un congelador a – 20°C hasta su utilización.

3.4. Operación de secado por atomización

El equipo a escala laboratorio utilizado en este trabajo, para llevar a cabo el secado por atomización del zumo de *Opuntia stricta*, se puede observar en la Figura 19 y en el diagrama de la Figura 20, con los diferentes componentes de este equipo de secado por atomización (Büchi mini Spray Dryer B-290, Suiza)



Figura 19. Mini Spray Dryer B-290

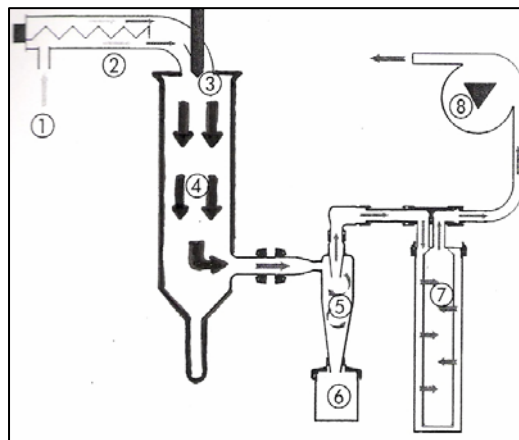


Figura 20. Esquema del Mini Spray Dryer Büchi-290

Componentes:

1. Boca de aspiración
2. Calefacción eléctrica
3. Entrada de la corriente estabilizada en la cámara de secado y boquilla de atomización
4. Cámara de secado o cilindro de pulverización (altura: 50 cm, diámetro: 15 cm)

5. Ciclón para separar el producto de la corriente de aire
6. Recipiente de recogida para el polvo seco
7. Filtro de salida
8. Aspirador para generar la corriente de aire

El Mini Spray Dryer B-290 funciona según el principio de flujo paralelo, es decir, el producto pulverizado y el aire seco se desplazan en el mismo sentido. El rendimiento de evaporación del equipo está sobre 1 l/h de agua. El tiempo medio de residencia está entre 1-1.5 s. Los rangos de partícula que se obtienen están entre 1 y 25 μm .

Operación atendiendo al esquema anterior:

1. Se produce la entrada de aire por la boca de aspiración.
2. La resistencia eléctrica es la encargada de llevar a cabo el calentamiento del aire de entrada.
3. Se produce la entrada del aire caliente de forma estable en el cilindro de atomización a la temperatura que hemos marcado.
4. El cilindro de pulverización es el recipiente o cavidad encargada de recibir el producto atomizado procedente de la tobera o boquilla. Presenta en su parte baja un pequeño recogedor de agua que recibe el líquido que no se atomiza (en malas condiciones de atomización). El cilindro de pulverización sirve de enlace entre la entrada de producto atomizado y aire, y el ciclón.
5. El ciclón separa el producto, ya en polvo, del aire.
6. En el recipiente de recogida se recoge el producto final sólido y el polvo.
7. El filtro de salida evita que el aire expulsado a la atmósfera contenga polvo, haciendo pasar la corriente de aire de salida por un filtro.
8. El aspirador genera la corriente de aire necesaria para el secado.

Uno de los aspectos fundamentales del secado por atomización, es la atomización. El Mini Spray Dryer B-290 utiliza para la atomización una boquilla a presión de dos fluidos.

Las instrucciones de puesta en marcha del secador por atomización son:

- Encender el interruptor general del equipo
- Introducir la goma de silicona de la bomba peristáltica hasta el fondo de un vaso de precipitados con agua destilada. Comprobar que la goma está aprisionada por el rotor.

- Poner en marcha la aspiración al valor seleccionado.
- Seleccionar la temperatura del aire de entrada y poner en marcha la calefacción.
- Esperar que se alcance la temperatura seleccionada.
- Encender el compresor que suministra el caudal de aire de atomización y seleccionar en el equipo con el rotámetro el caudal elegido.
- Ajustar el caudal de la bomba peristáltica de alimentación al valor preestablecido, y ponerla a continuación en marcha. El equipo utiliza como escala de medida el porcentaje de funcionamiento máximo de bomba. Los valores de caudal correspondientes al agua utilizando un tubo de silicona ($D_i = 2 \text{ mm}$) se presentan en la Figura 21.

También se presenta el calibrado con agua de la bomba auxiliar (Heidolph PD-5001) que se utiliza con la boquilla de tres fluidos.

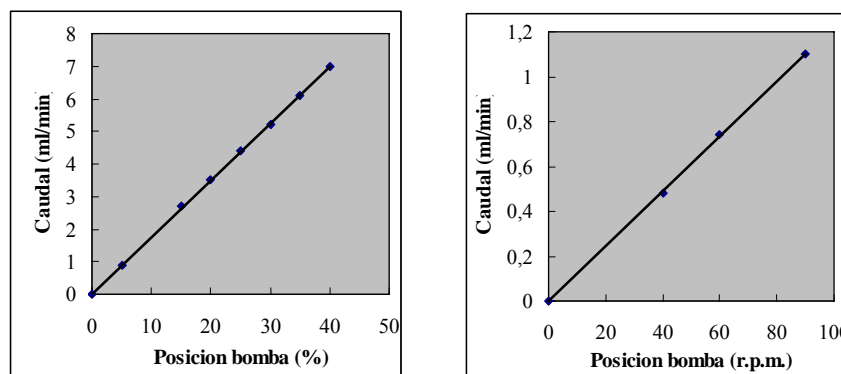


Figura 21. Grafica de calibración de las bombas peristálticas.
(a) Equipo secado por atomización, (b) Bomba auxiliar

Cuando el agua llegue a la tobera se iniciará la atomización.

- Observar la temperatura de salida y esperar a que se alcance un valor estable.
- Alcanzado el estado estacionario, cambiar la goma de silicona de la bomba peristáltica del vaso con agua al vaso de precipitados que contiene la muestra a secar. Comprobar previamente que su temperatura sea la ambiente ($20 \text{ }^\circ\text{C}$).
- El proceso de atomización y secado se inicia, y el polvo comienza a aparecer en el recipiente de recogida.
- Una vez que ha pasado toda la muestra a atomizar se cambia la goma de silicona de la bomba peristáltica al vaso de precipitados con agua destilada. Se esperan unos minutos hasta que se limpia la goma de silicona y la tobera de atomización, y se detiene la bomba de alimentación. Se apaga el compresor.
- Se desconecta la calefacción que calienta el aire de entrada, y se espera a que la temperatura del aire de salida sea de unos $30 \text{ }^\circ\text{C}$.

- Se apaga la aspiración y se procede a abrir el recipiente de recogida de polvo. Con la ayuda de un pincel se recoge todo el polvo que se encuentra adherido en el interior del ciclón así como el situado en la tapa metálica de la parte inferior del ciclón.
- El producto en polvo obtenido se recoge en placas petri, convenientemente etiquetadas, se pesa y se almacenan las placas en un desecador con gel de sílice anhidra a temperatura ambiente.

En cada ensayo se anotan las observaciones correspondientes, indicando si ha habido algún tipo de condensación de agua o el grado de suciedad del cilindro de atomización.

Finalizado el experimento se desmonta el cilindro de atomización, el ciclón y el recipiente de recogida de polvo seco, limpiándose todo cuidadosamente, y quedando listo para el siguiente experimento.

- La atomización también puede realizarse con una boquilla de tres fluidos. La sección del tubo de entrada del fluido interior es de 0.7 mm de diámetro interno, el diámetro del tubo del fluido exterior es de 2 mm de diámetro, mientras que la salida del aire de atomización tiene un diámetro de 2.8 mm. Para realizar esta operación se utiliza una segunda bomba peristáltica (PD-5001 Heidolph, Alemania) para hacer circular el fluido por el tubo interior, dejando la bomba del equipo para el fluido exterior de la boquilla.

3.5. Métodos de medida

Se llevan a cabo las siguientes mediciones:

a) Medidas de sólidos solubles totales en zumos (°Brix)

La medida de sólidos solubles totales de los zumos se realiza con un refractómetro de mano. Se coloca una pequeña cantidad de muestra líquida en el campo del refractómetro y se lee sobre una escala de 0 a 32 °brix. Se calibra con agua el cero de la escala del aparato antes de cada medida.

b) Análisis espectrofotométrico del zumo de *Opuntia stricta*

Previo a realizar un espectro en el espectrofotómetro (Modelo 8453, Agilent, Alemania) se hace la línea base con agua. Los barridos de absorbancia de las muestras se realizan en el rango de longitudes de onda visible entre 380 y 780 nm.

c) Medidas de peso del producto en polvo

Las muestras en polvo obtenidas tras el secado por atomización se almacenaron en placas Petri dentro de un desecador con gel de sílice anhidro. Para determinar su peso se utilizó una balanza electrónica Sartorius Bp 121S que aprecia décimas de miligramo.

d) Medida de intensidad del color del zumo (color strength)

La intensidad del color del zumo (11 °brix) se define como la absorbancia que presenta una disolución al 1% (v/v). Para realizar la medida se utiliza el valor de la longitud de onda máxima de absorción de las betaninas (535 nm).

e) Medida de intensidad del color del producto en polvo (color strength)

La intensidad del color del polvo obtenido se define como la absorbancia que presenta una disolución al 1%.(p/v). Para realizar la medida se utiliza el valor de la longitud de onda máxima de absorción de las betaninas (535 nm).

En general, se prepara una disolución (0.1%) pesando 100 mg del producto en polvo y se llevan a 100 ml con agua destilada con la ayuda de un matraz aforado. La disolución se agita manualmente, y se determina su absorbancia a 535 nm por medio de un espectrofotómetro (Agilent, Alemania). Se utilizan cubetas de vidrio óptico de 3 ml para realizar las medidas. El cero de absorbancia se hace con agua destilada. Los valores de absorbancia medidos siempre fueron inferiores a 0.9 unidades de absorbancia, y hasta estos valores se puede asumir linealidad entre la concentración y la absorbancia.

El cálculo de la intensidad del color del producto en polvo se realiza multiplicando por diez el valor de absorbancia determinado con la disolución 0.1%.

f) Análisis del producto en polvo por microscopia electrónica de barrido (SEM)

Se realizó un estudio por microscopia electrónica de barrido de los productos en polvo con un equipo Hitachi modelo S-3500N.

Las muestras de polvo obtenidas en los diversos experimentos se fijan a una cinta adhesiva de doble cara colocada en un porta muestras. Se aplica una pequeña punta de espátula de muestra, que se fija a la cinta por medio de una pequeña presión. Para el correcto estudio de las muestras, éstas tuvieron que ser metalizadas durante 120 segundos. El metalizado sirve para que los pequeños granos de polvo se encuentren más estables y no se muevan cuando la precisa lente del microscopio se encuentre cerca de ellos para visualizarlos. La lente se colocó a 7 mm de distancia. También permite aumentar la conductividad de las muestras y obtener imágenes con buena resolución

Todas las imágenes se tomaron buscando un campo representativo de la muestra que estuviera lo más plano posible, operando a 5 kV y empleando una magnificación de 1000 aumentos.

g) Medidas de calorimetría diferencial de barrido (DSC)

El DSC es una técnica termoanalítica en la que se determina la diferencia de calor entre una muestra y una referencia en función de la temperatura. La muestra y la

referencia son mantenidas aproximadamente a la misma temperatura a lo largo de un experimento. Generalmente, el programa de temperatura para un análisis DSC es diseñado de tal modo que la temperatura de la muestra aumenta linealmente en función del tiempo. La muestra de referencia debería tener una capacidad calorífica bien definida en el intervalo de temperaturas en que vaya a tener lugar el barrido. El principio básico subyacente a esta técnica es que, cuando la muestra experimenta una transformación física tal como una transición de fase, se necesitará que fluya más (o menos) calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura. El que fluya más o menos calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico.

En el caso de nuestras muestras el programa consiste en un barrido previo de 0 a 168°C, denominado borrado de historia térmica, se mantiene a 168°C durante 10 minutos asegurándonos la pérdida total de agua, una vez transcurrido este tiempo vuelve a bajar la temperatura hasta -20°C, produciéndose la transición vítrea, se vuelve a calentar hasta 168°C volviéndose a producir la transición, observándose en las graficas como la inflexión se produce en el mismo punto.

El equipo utilizado en la experimentación es un DCS 822e Mettler Toledo (Barcelona, España).

Resultados y Discusión

4.1. Secado por atomización de zumo de *O. stricta* con boquilla de dos vías: uso de fructooligosacaridos e inulina frente a las maltodextrinas

- **Medidas de la temperatura de transición vítrea de fructooligosacaridos, inulinas y maltodextrinas (Tg)**

El estudio de las propiedades físico-químicas de los fructooligosacaridos, inulinas y maltodextrinas es muy importante para la elección del encapsulante cuyo comportamiento sea óptimo. Entre los parámetros utilizados para evaluar el mejor ayudante de secado podemos destacar la temperatura de transición vítrea (Tg) ya que del valor de este parámetro depende en parte la eficacia del secado por atomización. Como se ha explicado anteriormente la razón del uso de los ayudantes de secado es evitar el fenómeno de “stickiness” y para ello es conveniente determinar cuál de los productos tienen la mayor de las temperaturas de transición vítrea. Una mayor temperatura de transición vítrea significará un mejor comportamiento en el secado.

Para obtener esta temperatura se ha realizado un análisis por calorimetría diferencial de barrido (DSC) que permite comparar los diferentes productos “encapsulantes” o “ayudantes del secado” utilizados en este trabajo. La técnica empleada ya ha sido explicada en el apartado anterior de materiales y métodos.

Los resultados obtenidos correspondientes al análisis por DSC del fructooligosacarido, Beneo P95 (BP95) se muestran en la figura 22. Esta figura presenta el método completo para este fructooligosacarido. En el primer tramo de 25 a 168°C ocurren una serie de transiciones exotérmicas que se solapan con la pérdida de agua que tiene lugar en ese intervalo. Para asegurar la eliminación de todo el agua se mantiene la temperatura a 168°C durante 10 minutos. A continuación se enfría hasta los -20°C para realizar el conocido como “borrado del historial térmico” del material. En este intervalo destaca una transición, la cual corresponde con Tg. El método vuelve a calentar de nuevo el producto de -20 hasta 168°C, quedando clara la transición vítrea.

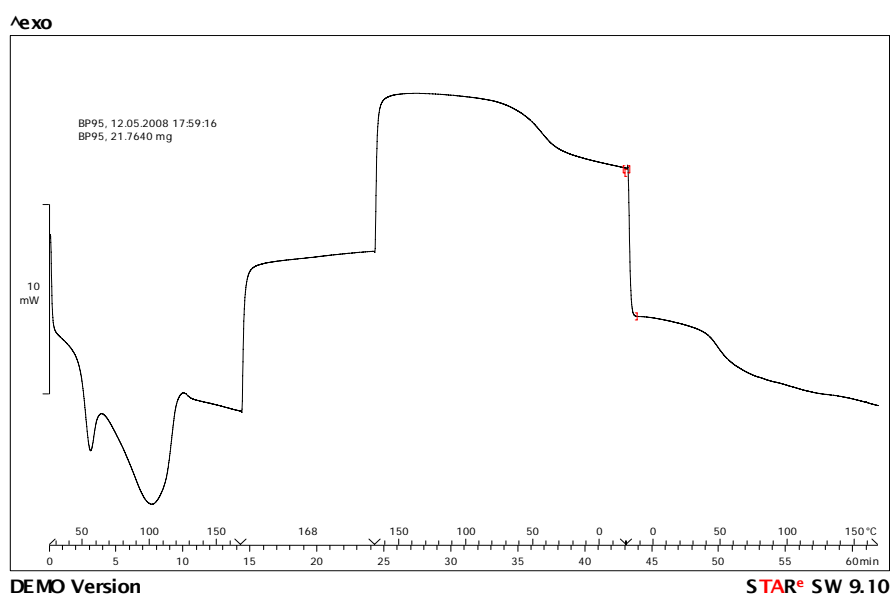


Figura 22. Análisis DSC del fructooligosacárido Beneo P95

En la bibliografía no se han encontrado análisis por DSC de fructooligosacáridos pero si de la inulina. En la Figura 23 se presenta el estudio de DSC de la inulina (Ronkart et al., 2007). En la primera zona entre 25 y 125°C se observa la pérdida de peso correspondiente a la pérdida del agua, la siguiente zona se corresponde con la transición vítrea y superando los 150°C comienza la zona correspondiente a la fusión, teniendo lugar la degradación del material al superarse los 200°C. Las dos primeras zonas siguen un comportamiento análogo al de el fructooligosacárido BP 95, si bien en el nuestro caso no se ha observado ningún cambio exotérmico que pudiera ser identificado como fusión a las temperaturas mas altas estudiadas, por lo que se puede asumir que el análisis de DSC es correcto.

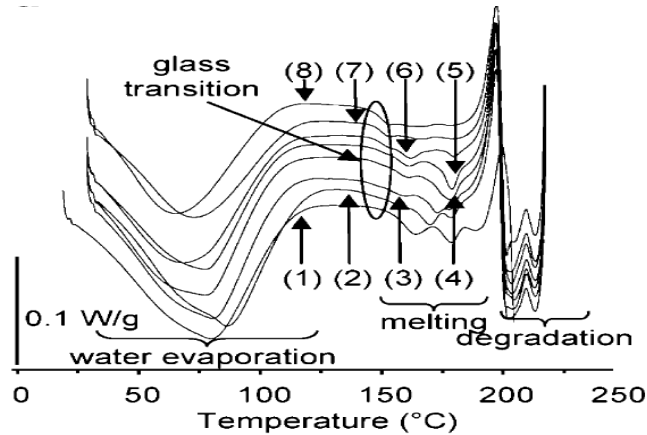


Figura 23. Análisis por DSC de la inulina (Ronkart et al., 2007)

En la Figura 24 se amplía la zona final de la grafica correspondiente a la DSC del BP95 (Figura 22). Se determinó utilizando el software del microcalorímetro el punto sobre la pendiente en la que se produce la transición vítrea, en el caso del BP95, vemos como el comienzo de la transición vítrea está en 38.1°C y el punto medio correspondiente a la "Tg" es 48.8°C.

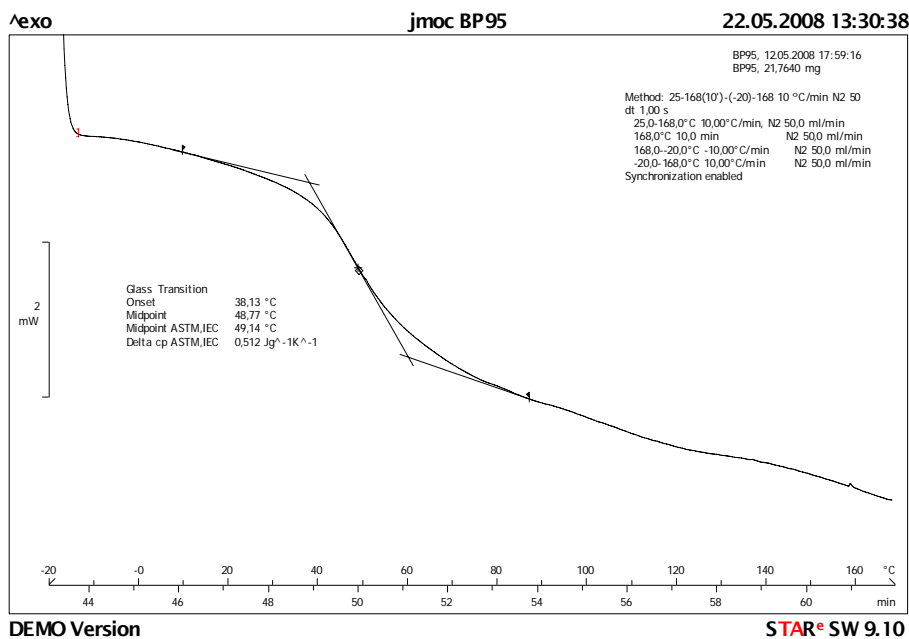


Figura 24. Grafica ampliada de la zona de transición vítrea del BP95

En la Tabla 4 se resumen los resultados del análisis por DSC de cada uno de los fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas estudiadas. El método de análisis es idéntico al realizado con el BP95. En el Anexo I podemos encontrar las gráficas correspondientes a cada uno de los citados materiales.

Tabla 4. Valores de temperatura de transición vítrea (Tg) y de capacidad calorífica (Cp) de los encapsulantes estudiados

Encapsulante	Tg inicio (°C)	Tg media (°C)	Cp (J/g K)
<u>Fructooligosacáridos</u>			
Beneo P 95 (95%)	38.1	48.8	0.512
Actilight (96%)	92.7	96.3	0.535
<u>Fructooligosacáridos/inulina</u>			
Beneo HSI (60%/26%)	81.3	87.8	0.536
Beneo Synergy (50%/42%)	82.2	90.4	0.519
<u>Inulina</u>			
Beneo ST (92%)	116.1	123.6	0.377
Beneo HP (100%)	119.7	125.2	0.136
<u>Maltodextrina</u>			
Glucidex 6D	n.d.	n.d.	n.d.
Glucidex 29D	142.0	146.1	0.285

Los valores de temperatura de transición vítrea encontrados en la bibliografía se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Datos bibliográficos de los valores de temperatura de transición vítrea (Tg) de azúcares, inulinas y maltodextrinas

Carbohidrato	Tg (°C)	Referencia
<u>Azúcares</u>		
Glucosa	31	Bhandari et al., 1997
Fructosa	5	Bhandari et al., 1997
Sacarosa	62	Bhandari et al., 1997
<u>Inulinas</u>		
Raftiline HP (>25 d.p.)	120	Zimeri y Kokini, 2002
Fibruline XL (23 d.p.)	148-153	Ronkart et al., 2007
<u>Maltodextrinas</u>		
DE 4-7	188	Roos y Karel, 1991
DE 9-12	160	Roos y Karel, 1991
DE 20-23	141	Roos y Karel, 1991
DE 23-27	121	Roos y Karel, 1991
DE 34-38	100	Roos y Karel, 1991

Los valores de Tg determinados para las inulinas, Beneo ST y Beneo HP, así como para la maltodextrina Glucidex 29D, guardan relación con los datos de la bibliografía. Se puede justificar que las temperaturas de transición más altas determinadas corresponden a los polisacáridos de cadena más larga, es decir a los productos comerciales con mayor contenido en inulina, mientras que los valores menores de Tg son para los fructooligosacáridos que tienen un bajo grado de polimerización. También se puede observar que la inulina presenta valores de Tg menores a los de cualquier maltodextrina. Este hecho se explica por el mayor valor de Tg de la glucosa (31 °C) en comparación con la fructosa (5 °C), que se extrapola a sus correspondientes polímeros.

Otra propiedad importante en un ayudante de secado es su higroscopicidad. Así, para estudiar la higroscopicidad de los ayudantes de secado que se emplean en esta investigación, se planteó un experimento en el cual se mantuvo 1 g de cada material en una placa Petri de 4 cm de diámetro en unas condiciones de humedad ambiente entre 40 y 50% y de temperatura de 16 a 20 °C. Se realizó una observación visual de la evolución temporal de los fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas. El ensayo duró un mes, realizando fotografías aquellos días en los que se notó un cambio apreciable. Inicialmente todas las muestras eran polvos blancos, con partículas de una granulometría similar que se movían libremente con el movimiento de una espátula (Figura 25).

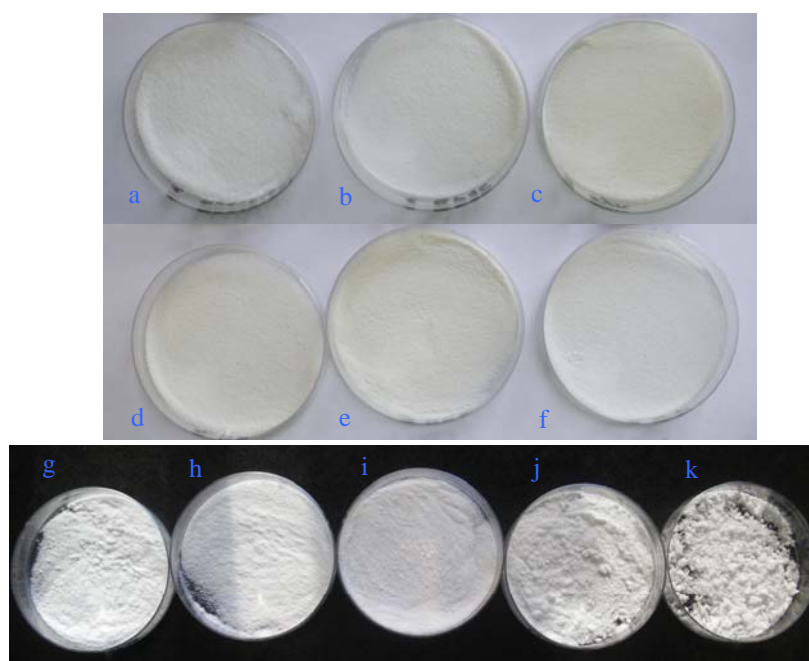


Figura 25. Foto de los encapsulantes al inicio del experimento: (a) Actiligth, (b) BP 95, (c) Beneo HSI, (d) Beneo Synergy, (e) Beneo HP, (f) Beneo ST, (g) Glucidex 6D, (h) Glucidex 12D, (i) Glucidex 19D, (j) Glucidex 21D, (k) Glucidex 29D

Al cabo de tres días las muestras de los fructooligosacáridos Beneo P95 y Actiligth, están totalmente compactadas de manera que el paso de una espátula deja claramente una marca (Figura 26). Al sexto día los encapsulantes que solo tienen fructooligosacáridos (FOS) (Actiligth y BP95), el agua actúa como plastificante y las muestras se encuentran plastificadas totalmente. Las muestras con mezclas de FOS e inulinas (HSI y Synergy) están plastificadas parcialmente, mientras que las inulinas están compactadas (Figura 27). No se muestran imágenes de las maltodextrinas al sexto día pues no se observa deterioro.

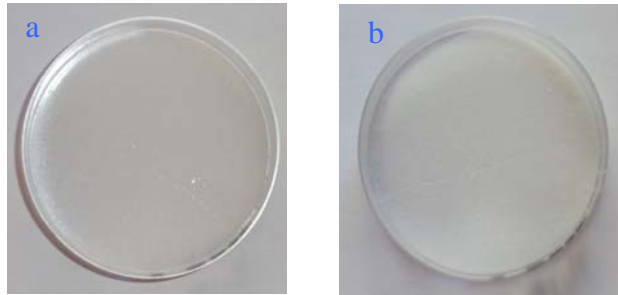


Figura 26. Foto de los encapsulantes (a) Actiligth y (b) Beneo P95 al tercer día

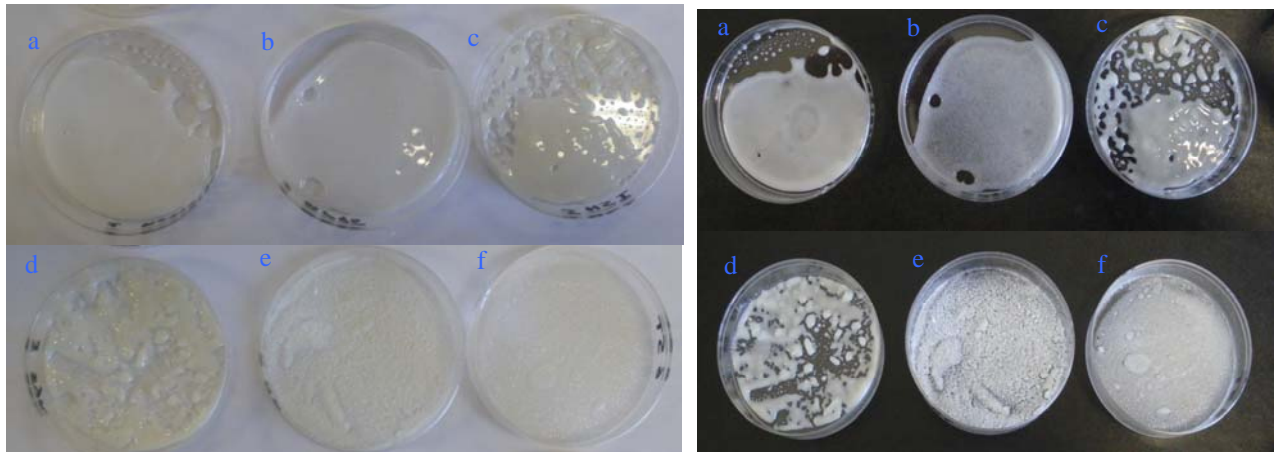


Figura 27. Foto de los encapsulantes a los 6 días del ensayo. (a) Actiligth, (b) BP 95, (c) Beneo HSI, (d) Beneo Synergy, (e) Beneo HP, (f) Beneo ST

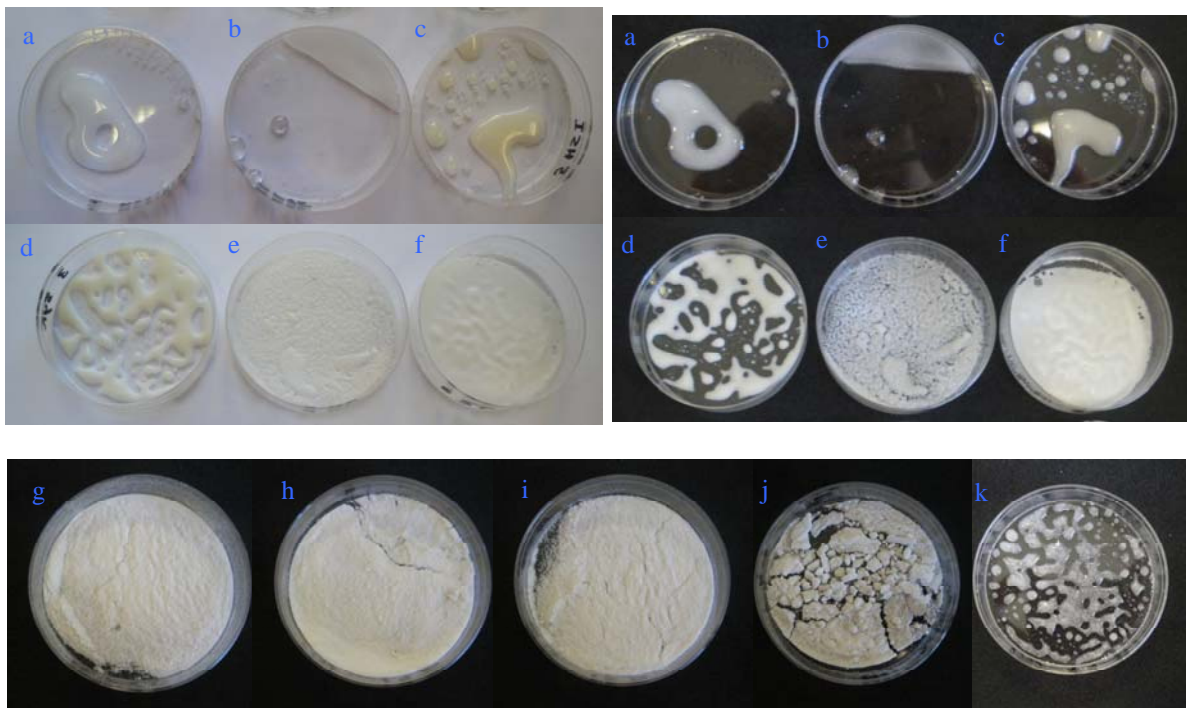


Figura 28. Fotos de los encapsulantes a los 27 días de ensayo. (a) Actiligth, (b) BP 95, (c) Beneo HSI, (d) Beneo Synergy, (e) Beneo HP, (f) Beneo ST, (g) Glucidex 6D, (h) Glucidex 12D, (i) Glucidex 19D, (j) Glucidex 21D, (k) Glucidex 29D

Al transcurrir 27 días todos los encapsulantes a excepción de las maltodextrinas de bajo DE están estropeadas.

Se puede concluir que mientras las muestras con fructooligosacáridos, mezclas de fructooligosacáridos e inulina, y la muestra de jarabe de glucosa anhidra Glucidex 29DE, muestran en ese orden una mayor tendencia a la plastificación. Estas muestras terminan teniendo un aspecto de líquido plastificado. Las inulinas sin embargo plastifican en forma “laminar”, y de entre los fructooligosacáridos e inulinas estudiados, la muestra Beneo HP (inulina 100%) fue la que tardó mas tiempo en compactarse y plastificar.

De este estudio queda claro que los ayudantes de secado que no son higroscópicos y que no se plastifican con el tiempo son las maltodextrinas con DE entre 6 y 19.

Si intentamos correlacionar estos resultados con los valores de Tg de cada uno de estos materiales, vemos que en general existe una correlación entre la tendencia a la plastificación y la Tg. Los materiales con menor Tg (fructooligosacáridos) son los que tienen mayor tendencia a la plastificación, y los de mayor Tg (maltodextrinas) son los que no se plastifican.

Se realizó también un estudio por microscopía electrónica de barrido de las muestras de fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas comerciales utilizadas, con objeto de conocer su morfología. La figura 29 muestra las imágenes obtenidas.

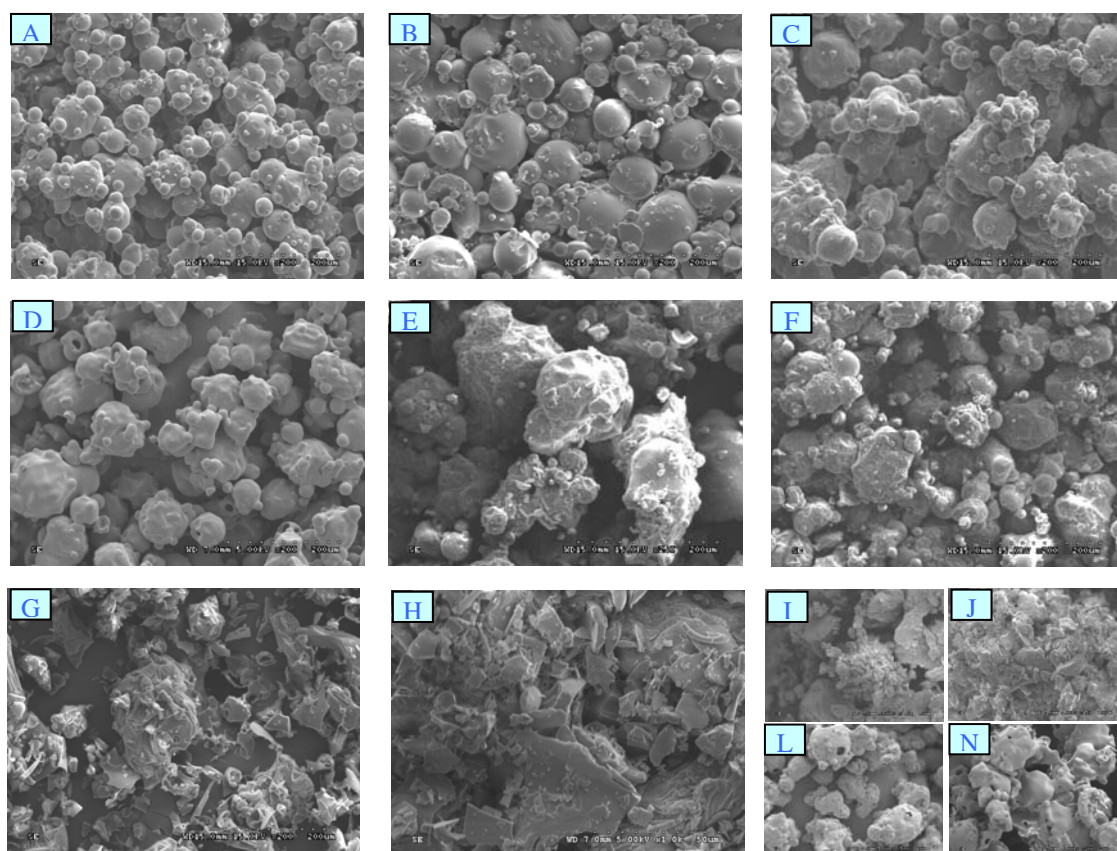


Figura 29. Imágenes de microscopía de: (a) Actilighth, (b) BP 95, (c) Beneo HSI, (d) Beneo Synergy, (e) Beneo HP, (f) Beneo ST, (g) Glucidex 6D, (h) Glucidex 29D (i) Cola-Cao, (j) Cola-Cao Turbo, (l) Leche el polvo, (n) Nescafé.

Tanto los fructooligosacáridos como las inulinas presentan una forma esférica a diferencia de la maltodextrina (Glucidex 6D) y el jarabe de glucosa (Glucidex 29D), cuyo aspecto es laminar. La distribución de tamaños de las partículas esféricas es grande, si bien, y haciendo un promedio general de diámetro de estos materiales, se puede estimar en unas 60 micras. Así, podemos concluir que los fructooligosacáridos e inulinas se han obtenido vía secado por atomización, mientras que las maltodextrinas se han obtenido por precipitación fraccionada dando lugar a una estructura semicristalina. El estado de la materia (amorfo/cristalino) afecta enormemente su aplicabilidad en la industria alimentaria (Ronkart et al., 2007). Sirva como ejemplo el Cola-Cao como material semicristalino y la leche en polvo y el Nescafé como materiales amorfos obtenidos por secado por atomización (Figura 29).

Secado por atomización con fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas: Optimización de la relación encapsulante/zumo de *O. stricta*

El objetivo que se plantea es el de conocer cual es la mejor relación encapsulante/zumo para conseguir la mejor microencapsulación del zumo de *O. stricta*. Consideramos que los parámetros a optimizar son el rendimiento y el poder colorante del producto obtenido.

A los productos en polvo obtenidos en cada ensayo se les realizaron las siguientes determinaciones: peso de polvo obtenido e intensidad de color del polvo.

El rendimiento en peso obtenido tras el secado por atomización se calcula a partir de las determinaciones del peso de polvo obtenido, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{Rendimiento en peso} = (\text{gramos obtenidos} / \text{gramos ofertados}) * 100$$

Los valores de gramos ofertados se calcularon a partir de los gramos de material y el volumen de zumo utilizados como material de partida, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{Gramos ofertados} = \text{g material} + \text{Vol. zumo (l)} \times [\text{Zumo}] (\text{°Brix}) \times 10$$

El método de determinación de la intensidad de color del colorante en polvo obtenido se ha explicado en la sección de materiales y métodos.

También se determinó la temperatura del aire salida, la densidad aparente del polvo y se realizaron fotos de microscopia electrónica barrido de los productos en polvo. Además se anotaron observaciones sobre el grado de suciedad del cilindro de atomización o del ciclón, tras el proceso de secado por atomización.

Las condiciones de trabajo utilizadas para el secado por atomización fueron iguales en todos los experimentos:

- Temperatura del aire de entrada: 160 °C
- Caudal de aspiración: 90%
- Atomización: caudal de aire de atomización: posición 4 y caudal de bomba de alimentación: 40%.
- La muestra líquida a atomizar se preparaba mezclando encapsulante, zumo y agua en las proporciones indicadas en cada experimento, siendo siempre la concentración final de zumo del 10% (/v/v). La mezcla se mantuvo termostatzada a 20 ° C.

Inicialmente se realizó un experimento sin adicionar ningún ayudante de secado. El rendimiento en atomización fue bajo, de un 51%, quedando la cámara de secado y el ciclón recubiertos de una apreciable capa de zumo. El polvo obtenido es muy oscuro y se vuelve pegajoso inmediatamente después de pesarlo (Figura 30).

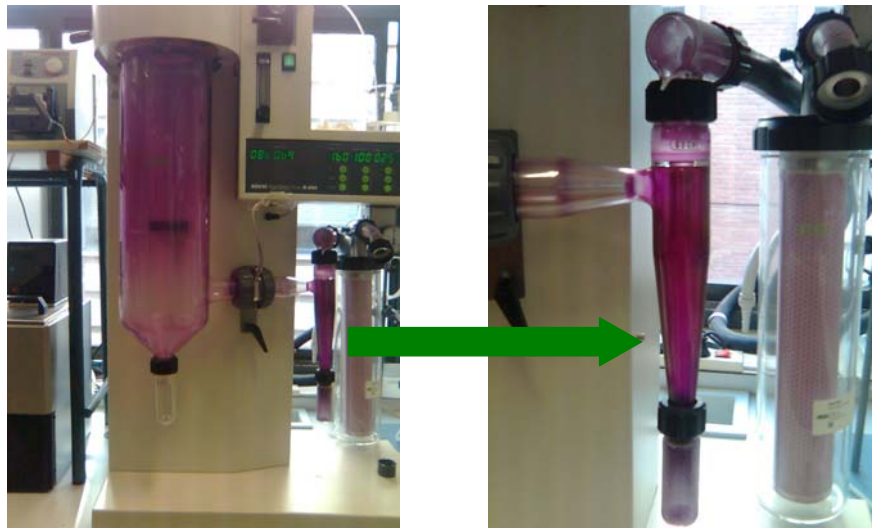


Figura 30. Imagen del aparato de secado por atomización tras realizar el secado de zumo de *Opuntia stricta* de 1.1° brix.

Queda clara la necesidad de añadir un ayudante de secado para conseguir un producto en polvo estable, así como para aumentar el rendimiento de atomización. Así, se ensayaron los diferentes fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas empleados en este trabajo variando la relación de ayudante de secado/zumo con valores de 0,45, 0.90 y 1.8 (°brix/°brix). Los valores de rendimiento en producto obtenidos en cada uno de los experimentos de secado por atomización se presentan en la Figura 31.

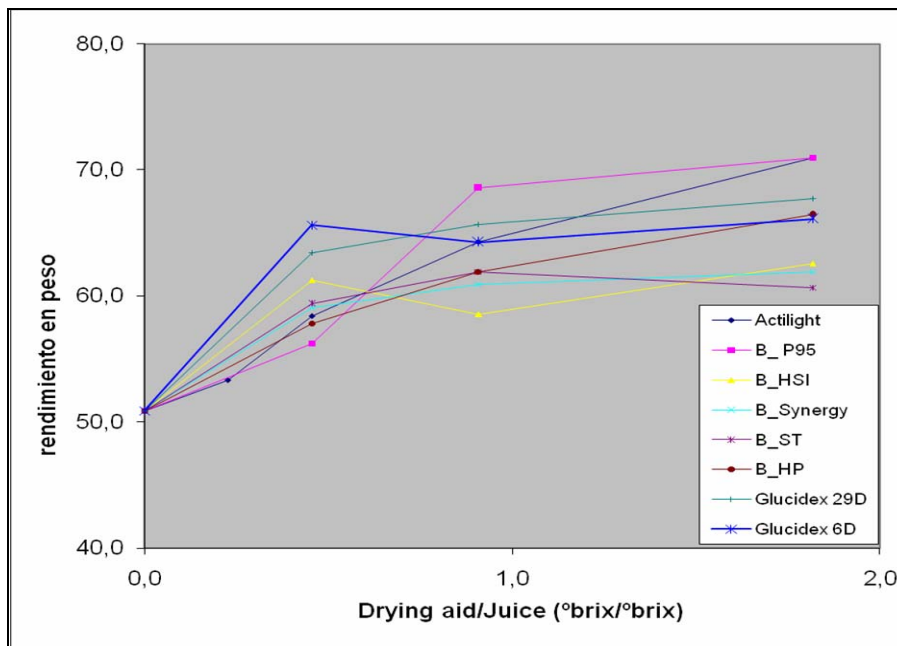


Figura 31. Efecto de la relación ayudante de secado/zumo (°brix/°brix) en el rendimiento obtenido tras el secado por atomización con diferentes ayudantes de secado

Como se observa en los resultados de los ensayos realizados, la presencia de los ayudantes de secado mejora en todos los casos el rendimiento en producto. La relación de ayudante de secado/zumo de 0.9 se puede tomar como óptima, pues los resultados obtenidos mejoran frente los de la relación de 0.45, y sin embargo el uso de más ayudante de secado no mejora el rendimiento en producto.

Comentando los resultados con los diferentes materiales, indicar que con la relación de 0.45 el rendimiento en peso obtenido es mayor en las maltodextrinas que en los fructooligosacáridos (FOS) o inulinas, mientras que al aumentar la relación encapsulante/zumo a 0.90 los valores de rendimiento son más parecidos. Al aumentar la relación el Beneo P95 permite aumentar el rendimiento considerablemente, mientras que en el caso de las maltodextrinas su rendimiento aumenta ligeramente con glucidex 29D y baja ligeramente con glucidex 6D. En el caso del resto de los FOS, inulinas y las mezclas tendremos que observar uno por uno el comportamiento del ayudante de secado empleado, frente a la relación encapsulante/zumo. En el caso de las mezclas de FOS e inulinas (HSI y Synergy) tienen un comportamiento muy similar. En cualquier caso el rendimiento aumenta con la relación de encapsulante alcanzándose un rendimiento máximo del 70% con el Beneo P95, en una relación 0.9 ó 1.8.

A continuación se presenta en la Figura 32 los resultados obtenidos de los experimentos de secado por atomización con distintas relaciones de encapsulante/zumo, empleando los diferentes encapsulantes citados con anterioridad, mostrando la intensidad de color de los polvos obtenidos.

La intensidad del color de un producto en polvo se define como la absorbancia que presenta una disolución al 1% (p/v) determinada al valor de la longitud de onda máxima de absorción de las betaninas (535 nm). Las medidas de intensidad del color se realizan según el protocolo explicado en el apartado de materiales y métodos, y nos dan una idea del poder colorante del polvo.

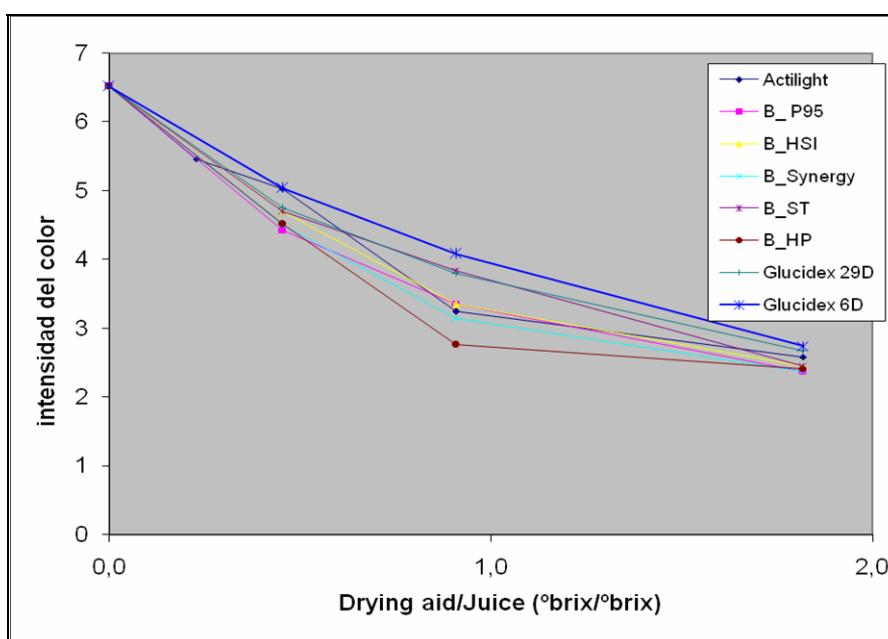


Figura 32. Efecto de la relación ayudante de secado/zumo (°brix/°brix) en la intensidad del color obtenida tras el secado por atomización del zumo con diferentes ayudantes de secado

Vemos en la grafica como el comportamiento de la intensidad del color frente a la relación encapsulate/zumo es la lógica, y al aumentar el contenido de ayudante de secado respecto al contenido de zumo, el polvo obtenido muestra menor intensidad de color. Los encapsulantes que mejor mantienen el color en todas las relaciones son las maltodextrinas, el resto tiene un comportamiento muy similar salvo la inulina 100% (Beneo HP) que ofrece valores menores.

Las determinaciones de la intensidad de color van a permitir calcular el rendimiento en color obtenido tras el proceso de secado por atomización. Se define de acuerdo con la siguiente ecuación:

Rendimiento en color:

$$\text{Rendimiento en color} = (\text{color obtenido} / \text{color ofertado}) * 100$$

El valor de color ofertado se calcula como:

$$\text{Color ofertado} = \text{Vol. zumo (ml)} \times \text{Intensidad de color del zumo}$$

El valor de color obtenido se calcula como:

$$\text{Color obtenido} = \text{gramos obtenidos} \times \text{Intensidad de color del polvo}$$

Este parámetro nos permite evaluar la pérdida de color que se produce en el proceso de secado por atomización. Si su valor es similar al de rendimiento en producto significa que no hay pérdida de color en el proceso de secado por atomización.

En la Figura 33 se presentan los valores del rendimiento de color obtenidos frente a la relación encapsulante/zumo. Los mayores valores de rendimiento de color se consiguen con las maltodextrinas, tanto la 6D como la 29D.

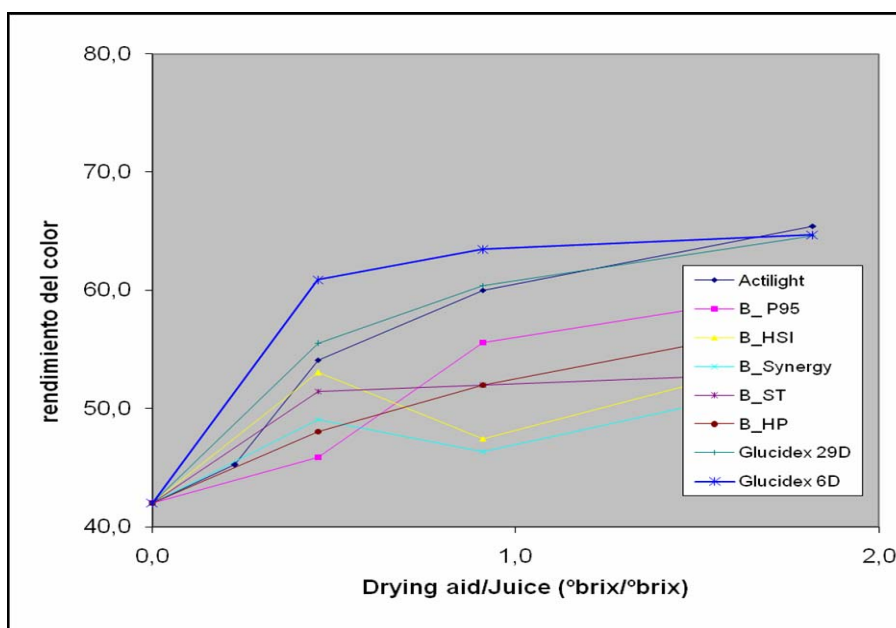


Figura 33. Efecto de la relación aditivo/zumo (°brix/°brix) en el rendimiento del color obtenida tras el secado por atomización variando la relación con los diferente ayudantes de secado

Entre los FOS, podemos destacar el comportamiento de Actilight, que alcanza un rendimiento muy alto con la relación 1.8, siendo incluso superior al valor obtenido con las maltodextrinas. En el caso del Beneo P95, también se alcanza rendimiento alto, siendo inferior para las mezclas de FOS e Inulinas.

En la Figura 34, se presenta una grafica en la que se compara entre el rendimiento en peso y el rendimiento en color, mediante la resta de los dos valores. En ella se puede observar como los valores son siempre positivos, indicando que hay una pérdida de color con valores máximos de un 10%. Los valores mas bajos de pérdida de color lo presentan las maltodextrinas, seguidas por la muestra de Actilight.

De los resultados obtenidos se puede sacar la conclusión de que se debe trabajar con una relación de ayudante de secado/zumo de 0.9, para que el colorante el polvo tenga una alto poder colorante (>3). Con esa premisa los mejores resultados se han obtenido con las maltodextrinas (Glucidex 29D y 6D) y con los fructooligosacáridos (Beneo P95 y Actilight). Las inulinas han mostrado los peores resultados como ayudantes de secado.

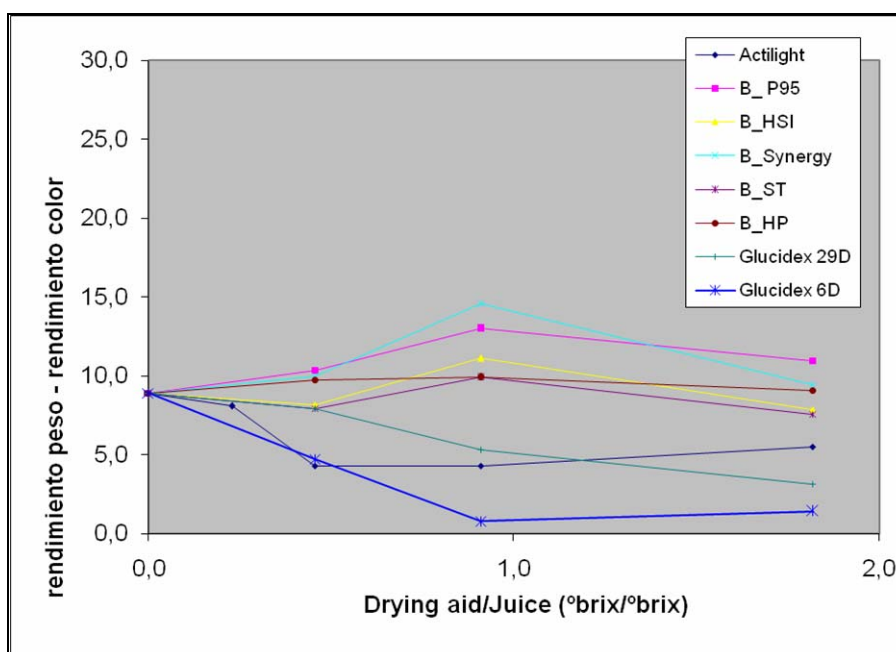


Figura 34. Comparativa entre el rendimiento en peso y el rendimiento en color, obtenida tras el secado por atomización variando la relación con los diferente ayudantes de secado

Para correlacionar los resultados de rendimiento en peso obtenidos con diferentes relaciones encapsulante/zumo con la morfología de partícula, se realizaron fotografías de microscopia electrónica de barrido para los casos de un fructooligosacárido (Beneo P95), un jarabe de glucosa anhidro (Glucidex 29D) y una maltodextrina (Glucidex 6D). El método utilizado para realizar las fotografías está descrito en la sección de materiales y métodos.

La figura 35 presenta las imágenes del Beneo P95, y deja patente como al aumentar la relación de encapsulante a zumo las partículas se vuelven menos pegajosas, y sus tamaños decrecen. Este mismo efecto se puede encontrar en la Figura 36 correspondiente al Glucidex 29D y en la Figura 37 correspondiente al Glucidex 6D.

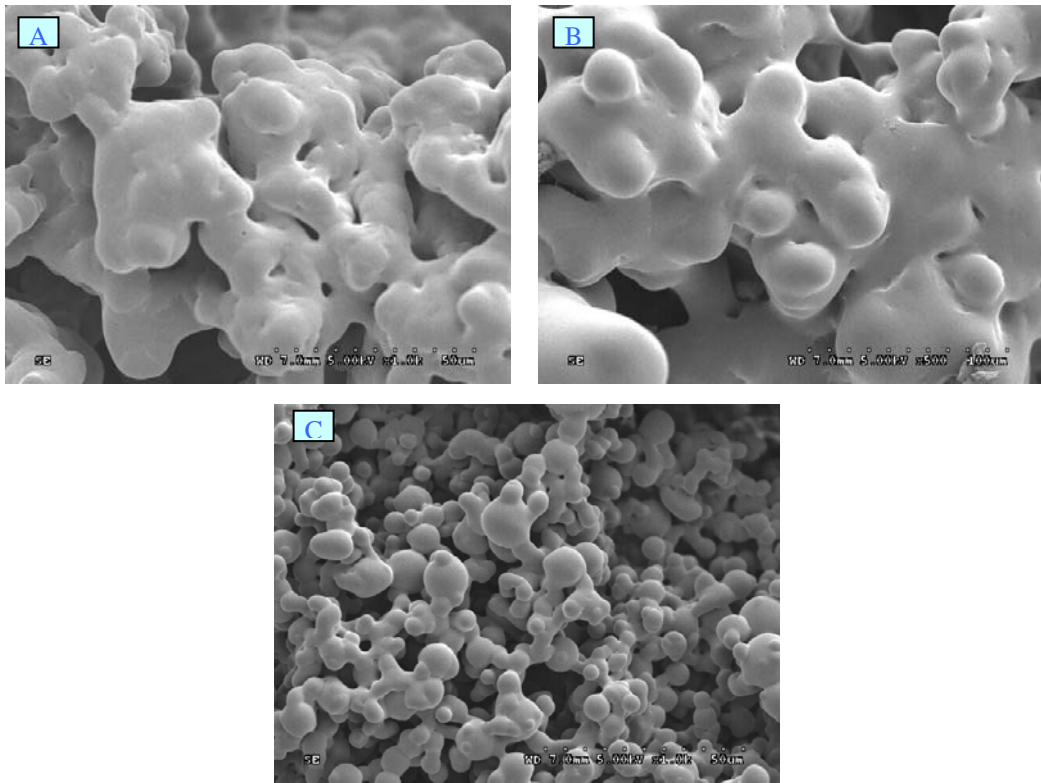


Figura 35. Fotografías SEM de las muestras atomizadas con diferentes relaciones del fructooligosacárido Beneo P95 / zumo: (a) 0.45, (b) 0.90, (c) 1.8. Magnificación x1000

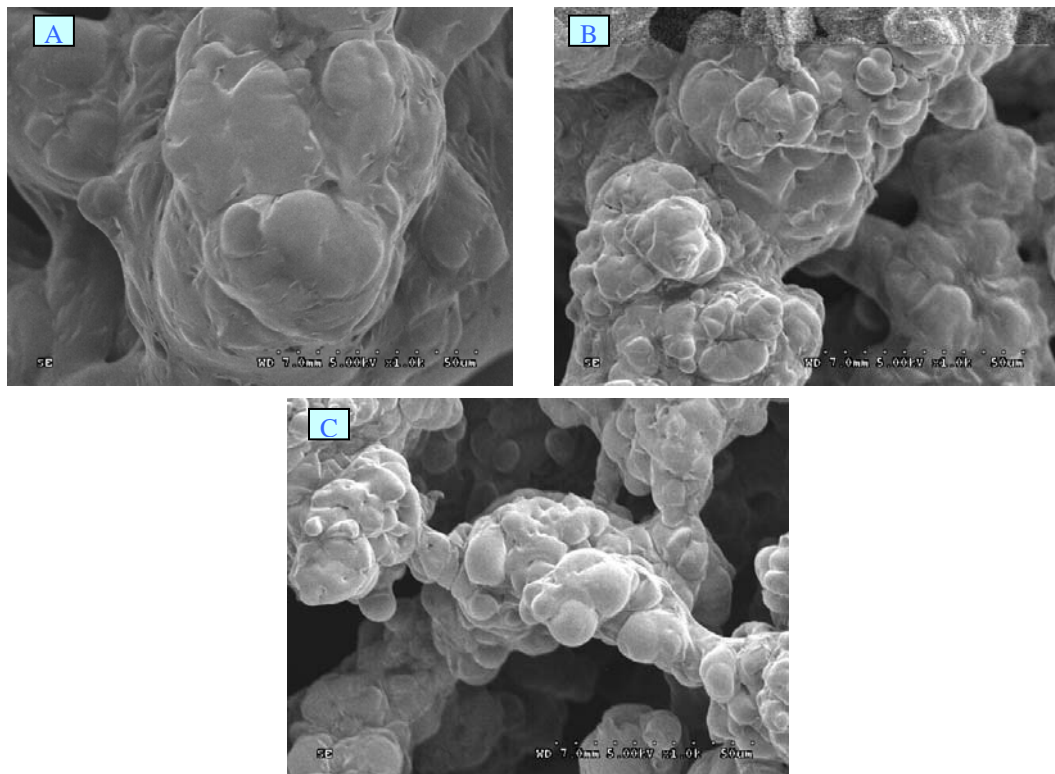


Figura 36. Fotografías SEM de las muestras atomizadas con diferentes relaciones de jarabe de glucosa anhidro Glucidex 29D / zumo: (a) 0.45, (b) 0.90, (c) 1.8. Magnificación x1000

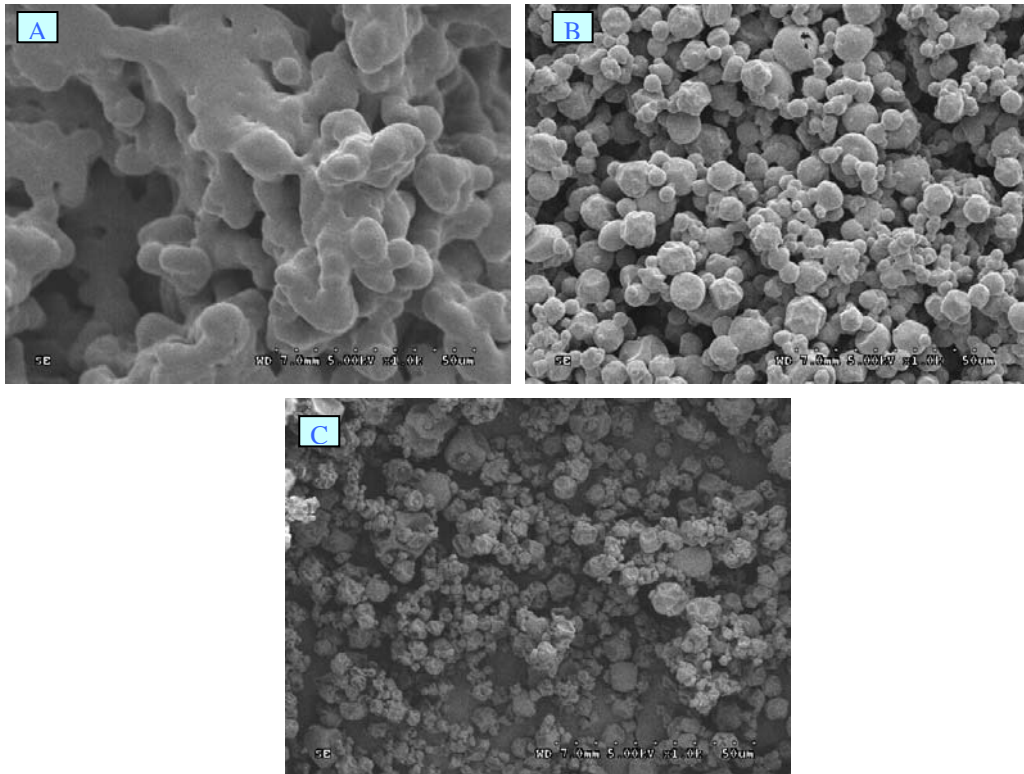


Figura 37. Fotografías SEM de las muestras atomizadas con diferentes relaciones de maltodextrina Glucidex 6D / zumo: (a) 0.45, (b) 0.90, (c) 1.8. Magnificación x1000

En general podemos ver variedad en formas y tamaños de las microcápsulas. En lo referente a la imagen de los microencapsulados obtenidos con Beneo P95 o Glucidex 29D en ninguno de ellos se observa la forma esférica, todos forman agregados. Tan solo con la maltodextrina Glucidex 6D y con una relación de encapsulante a zumo igual o superior a 0.9 se consiguen partículas esféricas.

Para comparar la morfología de los diferentes microencapsulados, la Figura 38 presenta las imágenes de todos los microencapsulados para una relación encapsulado/zumo de 0,9. Casi todos los encapsulantes logran formar partículas esféricas con esta relación encapsulante/zumo, siendo el tamaño de las microcapsulas esféricas similar para los diferentes encapsulantes y de valor entre 5 y 10 micras. Beneo P95, Beneo HSI y Glucidex D29 forman agregados pegajosos no esféricos.

La Figura 39 muestra fotografías de los colorantes obtenidos, en la que se observa como lógicamente las muestras con mayor relación encapsulante/zumo muestran menor intensidad de color. Si comparamos los colores obtenidos para una misma relación encapsulante/zumo de 0,9 (Figura 40), se puede observar que los que muestran más color son Beneo P95, Beneo HSI y Glucidex D29. Así, se podría pensar que las muestras más coloreadas son las que tienen mayor contenido de zumo en su superficie y muestran una mayor pegajosidad. Por el contrario, las muestras en las que el encapsulante ha formado una capa externa, que oculta al zumo en el interior, dan lugar partículas esféricas de menor color. Esta capa externa puede correlacionarse con aquellos materiales de mayor grado de polimerización, es decir, maltodextrinas (Glucidex 6D) e inulinas (Figura 40).

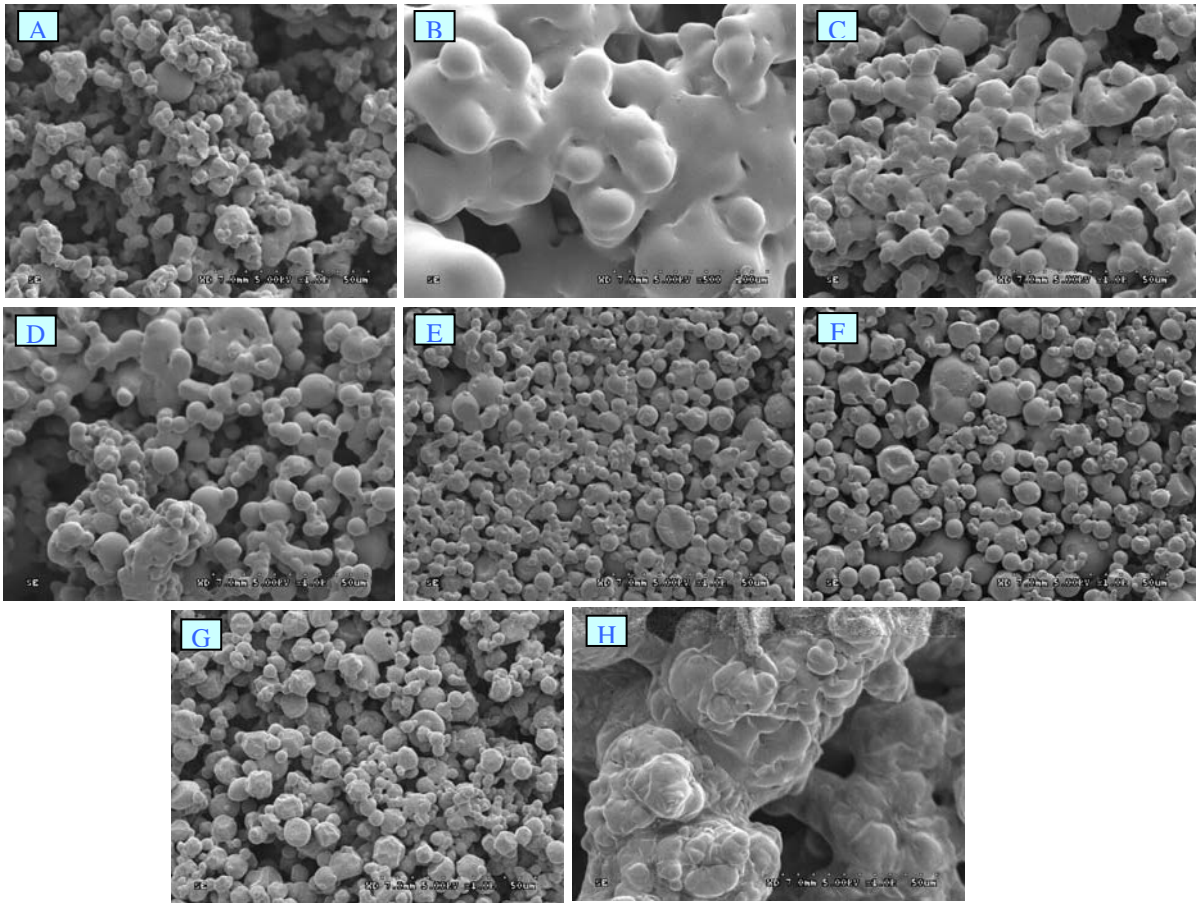


Figura 38. Fotografías SEM de las muestras atomizadas con una relación encapsulante/zumo de 0.9. Los encapsulantes son: (A) Actiligh, (B) Beneo P95, (C) Beneo HSI, (D) Beneo Synergy, (E) Beneo HP, (F) Beneo ST, (G) Glucidex 6D, (H) Glucidex 29D

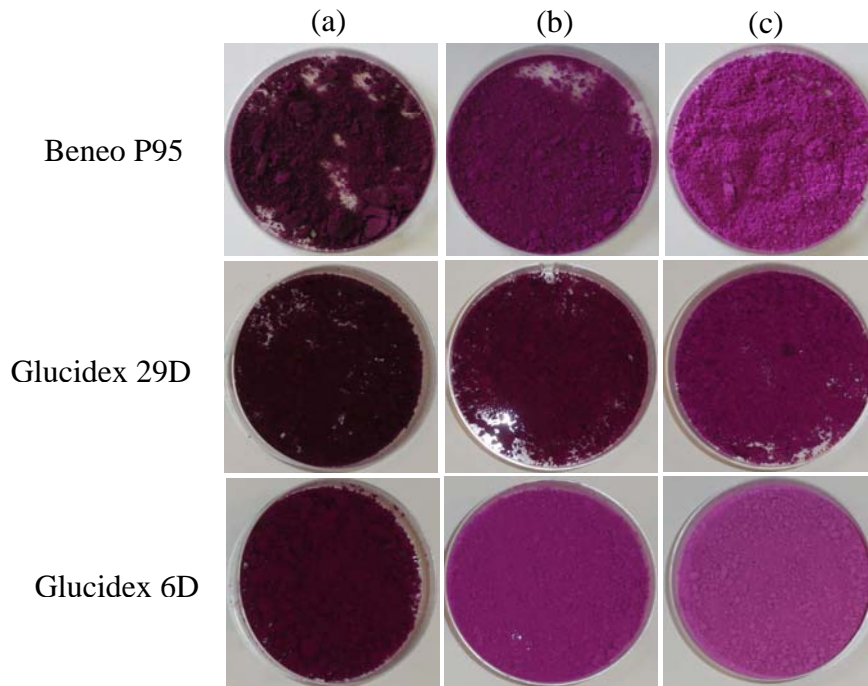


Figura 39. Fotografías de las muestras atomizadas con diferentes relaciones de encapsulante / zumo: (a) 0.45, (b) 0.90, (c) 1.8.

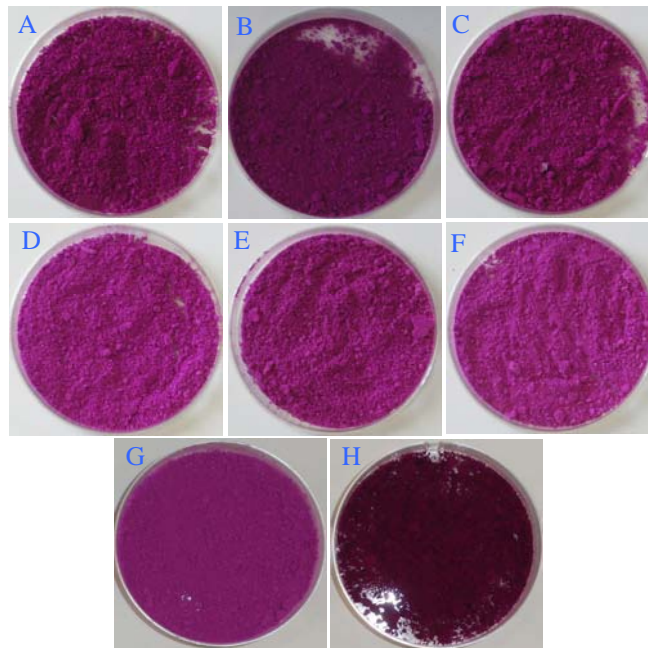


Figura 40. Fotografías de las muestras secadas por atomización con una relación encapsulante/zumo de 0.9. Los encapsulantes son: (A) Actiligth, (B) Beneo P95, (C) Beneo HSI, (D) Beneo Synergy, (E) Beneo HP, (F) Beneo ST, (G) Glucidex 6D, (H) Glucidex 29D

Para conocer la estabilidad del pigmento de los microencapsulados al almacenamiento se seleccionaron las muestras secadas por atomización con una relación encapsulante/zumo de 0.9. Las muestras se almacenaron durante cinco meses en recipientes de vidrio cerrados, y guardados en una cabina termostatazada a 25 °C, y en ausencia de humedad. Se utilizó gel de sílice como agente desecante.

Se determinó para cada muestra su contenido en betanina con el tiempo. El estudio se inició determinando el contenido en betanina el día de la obtención de cada muestra, denominado día 0, y posteriormente a la semana y a los cinco meses. Las medidas de contenido en pigmento se realizaron preparando una disolución al 0.1% p/v de cada colorante en polvo obtenido y midiendo espectrofotométricamente la absorbancia en la longitud de onda de 535 nm. Dicho protocolo está explicado en detalle en la sección de materiales y métodos. Se consideró el contenido inicial de pigmento en cada muestra de un 100%, refiriendo la variación de contenido de pigmento con el tiempo en función de ese porcentaje.

En la Tabla 6 se muestran los resultados obtenidos. Como se observa en la tabla la variación del contenido en pigmento es muy poco significativa en la mayoría de los casos. Así, se puede decir que el pigmento betanina es estable al almacenamiento en los microencapsulados obtenidos, con máximas pérdidas del 5% a los 5 meses, para el caso del Beneo HP y Actilight, y mínimas para el Beneo P95. No se encontró una correlación entre pérdida de betanina y la naturaleza del material encapsulante.

Tabla 6. Variación del contenido en betanina en función del tiempo de almacenamiento de las muestras secadas por atomización con una relación encapsulante/zumo de 0.9.

Muestras	Contenido en betanina (%)		
	Almacenamiento		
	0 días	1 semana	5 meses
Actilight	100	98	95
Beneo P95	100	100	98
Beneo HSI	100	96	95
Beneo Synergy	100	98	96
Beneo HP	100	99	95
Beneo ST	100	97	96
Glucidex 29D	100	99	96
Glucidex 6D	100	99	97

La conclusión general de los experimentos realizados con fructooligosacáridos, inulinas y maltodextrinas, variando la relación encapsulante/zumo, es que ha sido posible obtener con todos los encapsulantes unos rendimientos en producto elevados, alcanzándose rendimientos hasta del 70%. La relación encapsulante/zumo de 0.9 parece ser la adecuada pues duplicar la cantidad de encapsulante hasta una relación de 1.8 no queda justificado pues solo mejora el rendimiento en producto un promedio de un 4%, mientras que la intensidad de color de los encapsulados es mucho menor. Comparando los distintos ayudantes de secado, los fructooligosacáridos (Actilight, Beneo P95), maltodextrina (Glucidex 6D) y jarabe de glucosa anhidro (Glucidex 29D), han presentado mejores características que los preparados con inulinas (Beneo HSI, Beneo Synergy, Beneo HP, Beneo ST).

El buen comportamiento como ayudantes de secado de los fructooligosacáridos, en comparación con los encapsulantes con inulinas, nos ha llevado a estudiar con más detalle el secado por atomización del fructooligosacárido Beneo P95, con el fin de conseguir mejorar el rendimiento en producto y la morfología de partícula.

Optimización del secado por atomización del zumo de *Opuntia stricta* con el fructooligosacárido Beneo P95

Se ha seleccionado el ayudante de secado Beneo P95 como fructooligosacárido modelo, con la intención de conocer las condiciones del proceso de secado por atomización que puedan mejorar el rendimiento y las características del producto.

Inicialmente se estudió el efecto de la atomización atendiendo a los dos parámetros fundamentales que la condicionan: el caudal de líquido de entrada (bomba al 30, 40 y 50%) y el caudal de aire de atomización (rotámetro a 3, 4 y 5 cm). La bomba al 30-40-50% significa caudales de 5, 7 y 9 ml/min, respectivamente. Las alturas del rotámetro a 3-4-5cm, significan caudales de aire de 357, 473 y 601 l/h, respectivamente. También se estudió el efecto de la temperatura del aire de secado para dos valores 160 y 200°C. La relación ayudante de secado, Beneo P95 / zumo, empleada en estos estudios se mantuvo en 0.90.

Para optimizar estos parámetros se planteó un diseño de experimentos por análisis factorial. El análisis factorial se divide en dos partes, en la primera se abordan cinco ensayos a una temperatura de 160°C, variando el caudal del líquido de entrada y el caudal del aire de atomización, tal y como se presenta en la Figura 41. En la segunda parte se realizan 5 experimentos con las mismas condiciones de atomización, pero a una temperatura de 200°C. De esta manera se podrá hacer una comparativa de resultados entre ambas temperaturas.

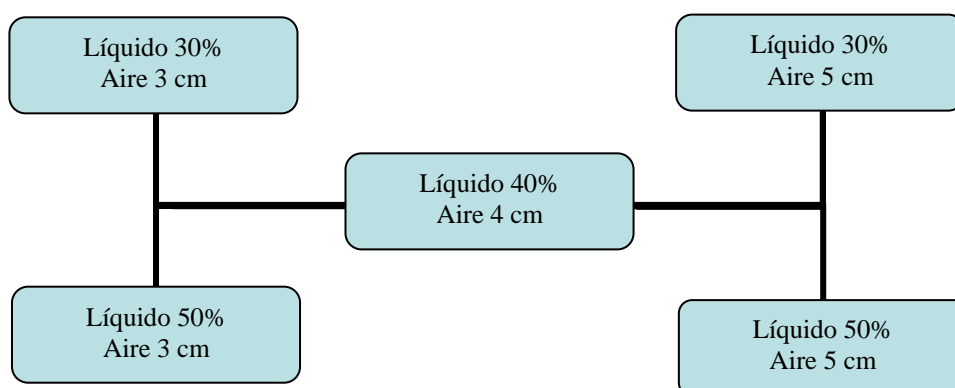


Figura 41. Descripción de las condiciones empleadas en los experimentos del análisis factorial

Las condiciones de secado de atomización que se mantuvieron constantes son:

- Caudal de aspiración: 90%
- La muestra líquida a atomizar se preparaba mezclando encapsulante, zumo y agua. La concentración final de zumo fue del 10% (v/v). La mezcla se mantuvo termostata a 20 °C.

A continuación se muestran los resultados obtenidos de los experimentos de secado por atomización en las diferentes condiciones ensayadas, a la temperatura de 160 °C. La Figura 42 muestra los resultados de rendimiento en producto, la Figura 43 los resultados de rendimiento en color, y la Figura 44 los resultados de intensidad del color. Para

terminar se muestran las imágenes tanto de microscopía electrónica de barrido (Figura 45) como fotografías digitales (Figura 46) de las muestras.

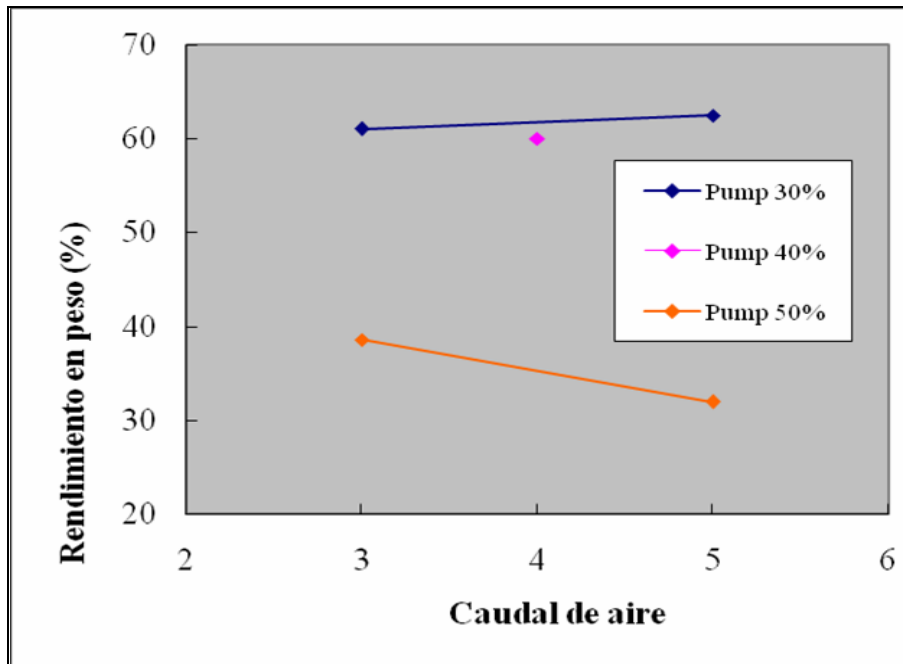


Figura 42. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en el rendimiento de producto. Temperatura de secado 160 °C

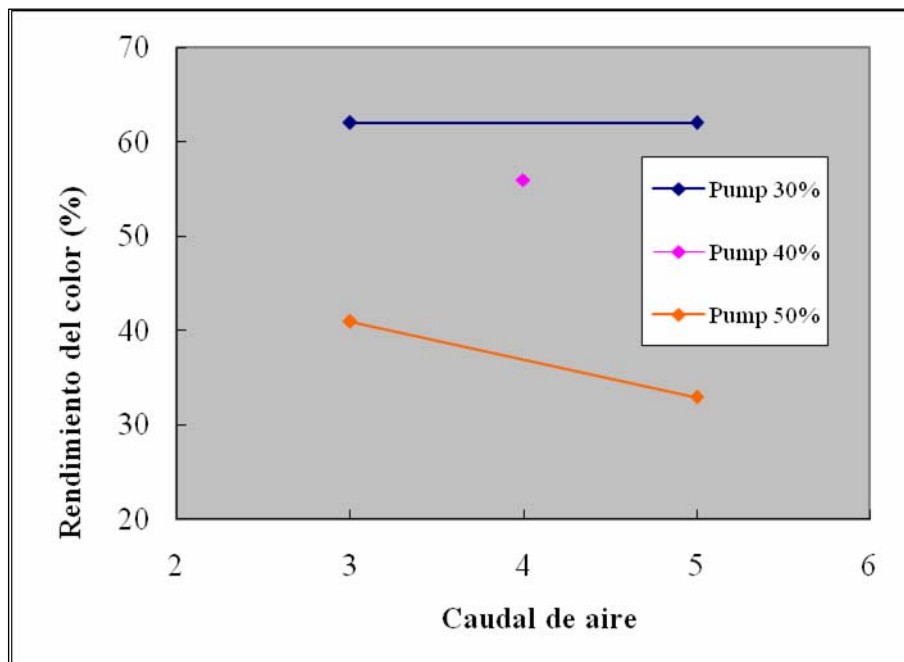


Figura 43. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en el rendimiento en color. Temperatura de secado 160 °C

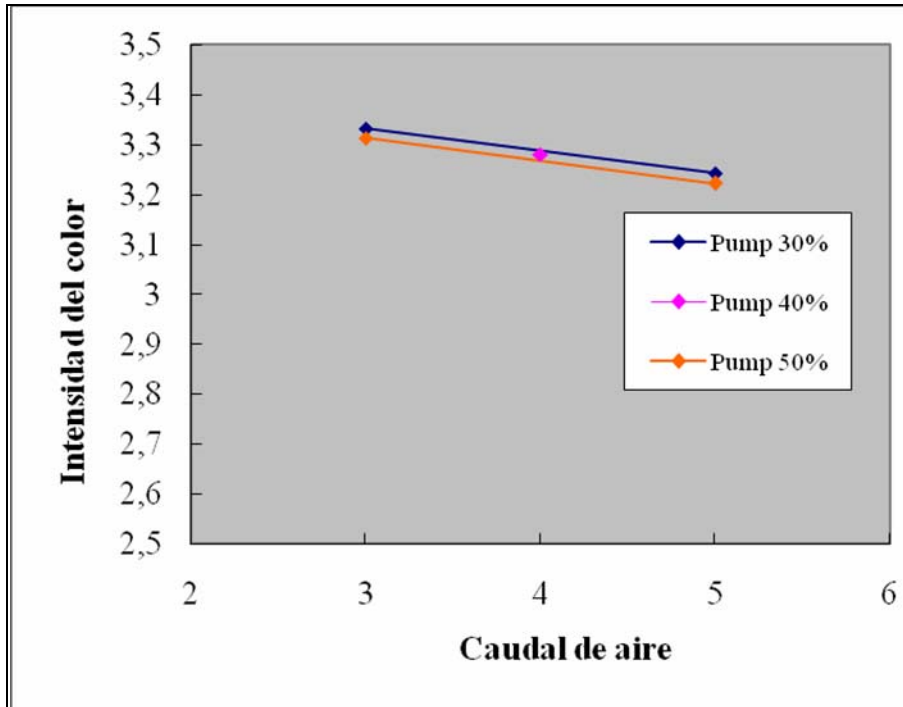


Figura 44. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en la intensidad de color del producto. Temperatura de secado 160 °C.

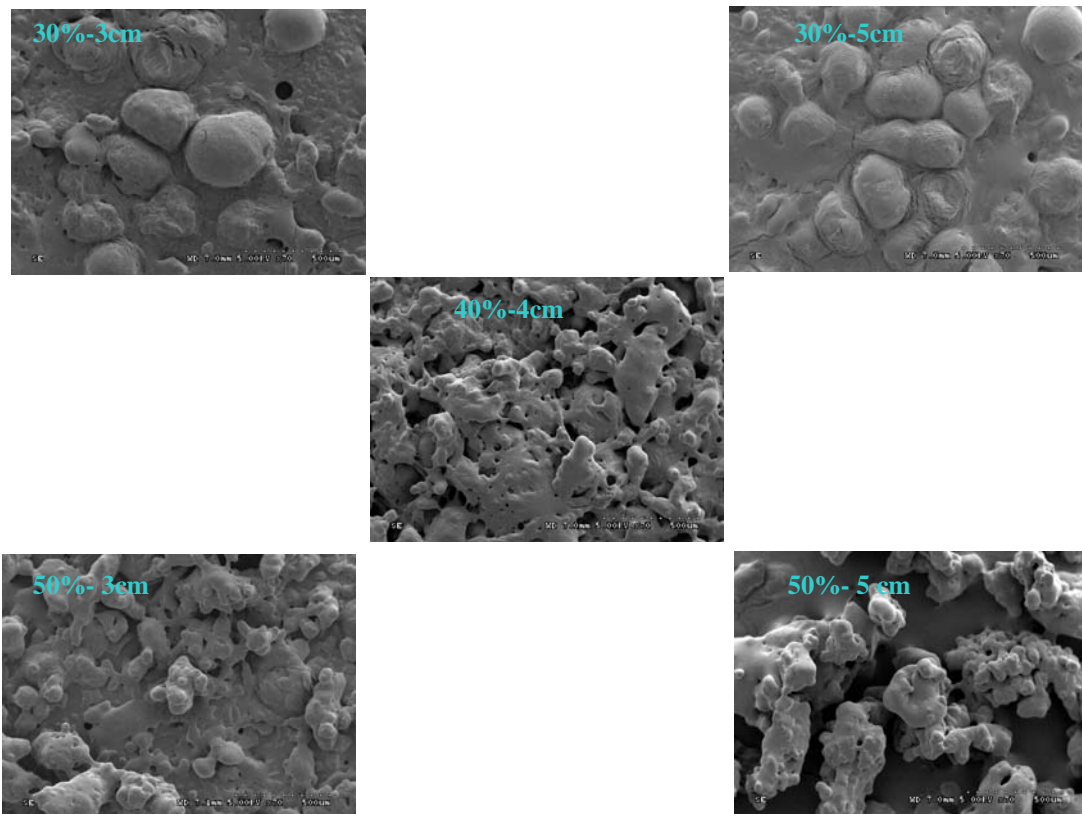


Figura 45. Fotografías de microscopía electrónica de barrido de los microencapsulados obtenidos con diferentes caudales de alimentación (30-40-50%) y de aire (3-4-5 cm). Temperatura de secado de 160 °C

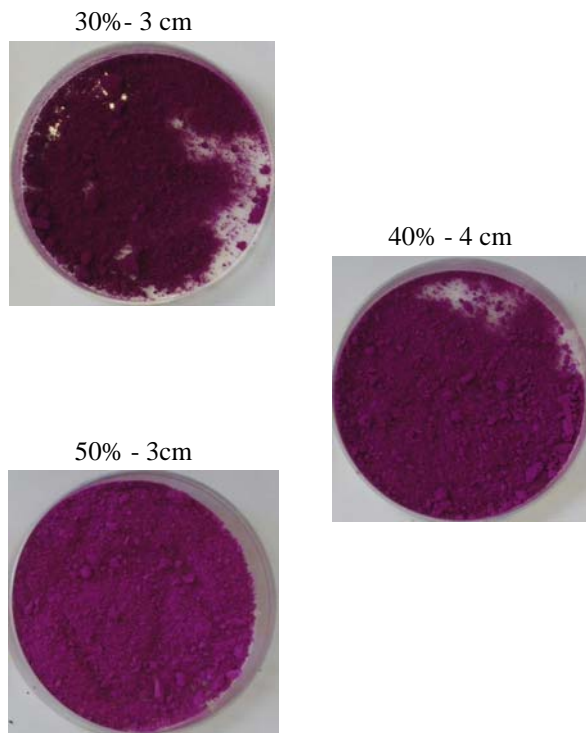


Figura 46. Fotografías digitales de los microencapsulados obtenidos con diferentes caudales de alimentación (30-40-50%) y de aire (3-4-5 cm).

Como se observa la Figura 42 el rendimiento en peso en el proceso de secado por atomización se encuentra influenciado fundamentalmente por el caudal de la bomba de alimentación, de forma que el rendimiento en peso aumenta al disminuir el caudal. El caudal de aire de atomización muestra menor influencia en el rendimiento en peso, si bien mejora este valor con los caudales de aire más altos. El valor del rendimiento en peso se obtiene de la misma forma que se explico en el apartado anterior. Resaltar que con la bomba a 50% los valores de rendimiento son muy bajos ya que el caudal es demasiado alto para esta temperatura de 160 °C, y no se seca correctamente.

Con respecto al rendimiento en color (Figura 43) reseñar que los valores obtenidos son similares a los rendimientos en producto, indicando que a la temperatura de 160 °C y en las condiciones ensayadas, no se observa degradación de la betanina. La intensidad de color de los colorantes en polvo obtenidos no parece verse influida por las distintas condiciones de atomización estudiadas, varía entre 3.25-3.35% (Figura 44).

Las imágenes de microscopía electrónica de barrido muestran que no se han obtenido tamaños de partículas muy diferentes aun cuando se han ensayado distintas condiciones de atomización (Figura 45). Además, bajo ninguna de las condiciones ensayadas se han conseguido partículas libres que no muestren pegajosidad.

De manera visual no se observaron coloraciones diferentes en los microencapsulados obtenidos en las distintas condiciones (Figura 46). Las imágenes que no se muestran de la Figura 46 no pudieron tomarse pues quedaron abiertas por error y se estropearon.

Como se explicó anteriormente se realizó una segunda parte experimental con otros 5 experimentos en las condiciones de atomización señaladas en la Figura 41, pero a una temperatura de 200°C. De esta manera se podrá hacer una comparativa de resultados entre ambas temperaturas.

Los resultados obtenidos de rendimiento en peso (Figura 47) muestran que a la temperatura de 200 °C, ha sido posible trabajar con los caudales de alimentación del 50% y conseguir valores más elevados de rendimiento en peso que a 160 °C. Sin embargo, con los caudales del 30% y 40% no se han mejorado los rendimientos.

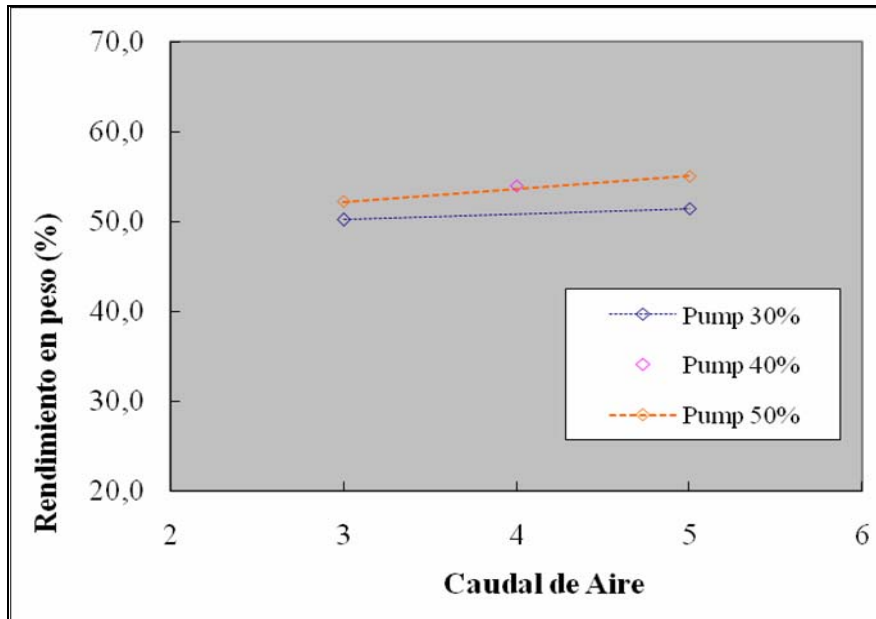


Figura 47. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en el rendimiento de producto. Temperatura de secado 200 °C

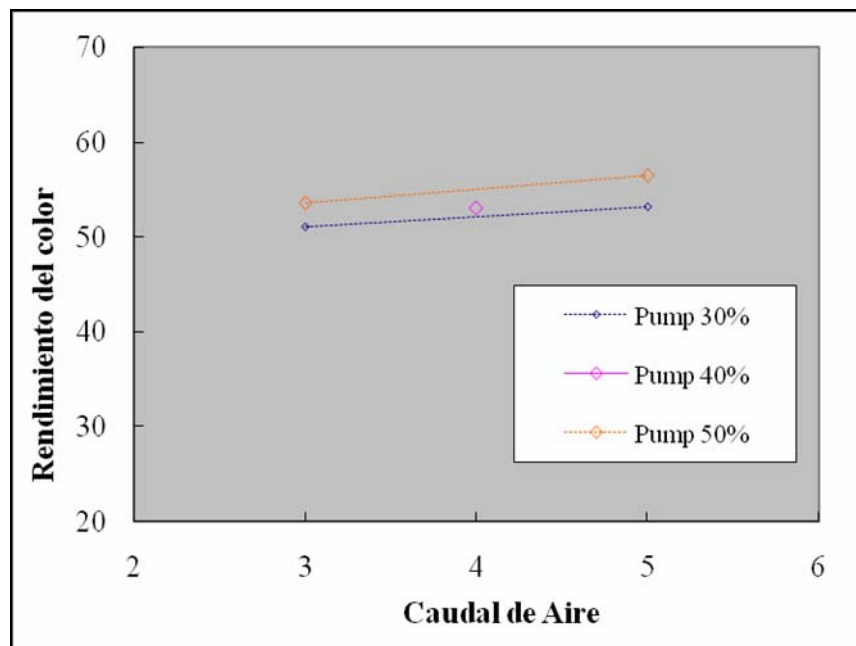


Figura 48. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en el rendimiento en color. Temperatura de secado 200 °C

Es importante destacar que a la temperatura de 200 °C ensayada, los valores de rendimiento en color y rendimiento en peso son similares en todas las condiciones estudiadas, lo que significa que debido a los bajos tiempos de residencia en la cámara de secado por atomización no tiene lugar la degradación de la betanina. También la fuerza de color de los polvos obtenidos a 200 °C (3,3) son numéricamente hablando muy similares a las obtenidas a 160 °C (3,2-3,3).

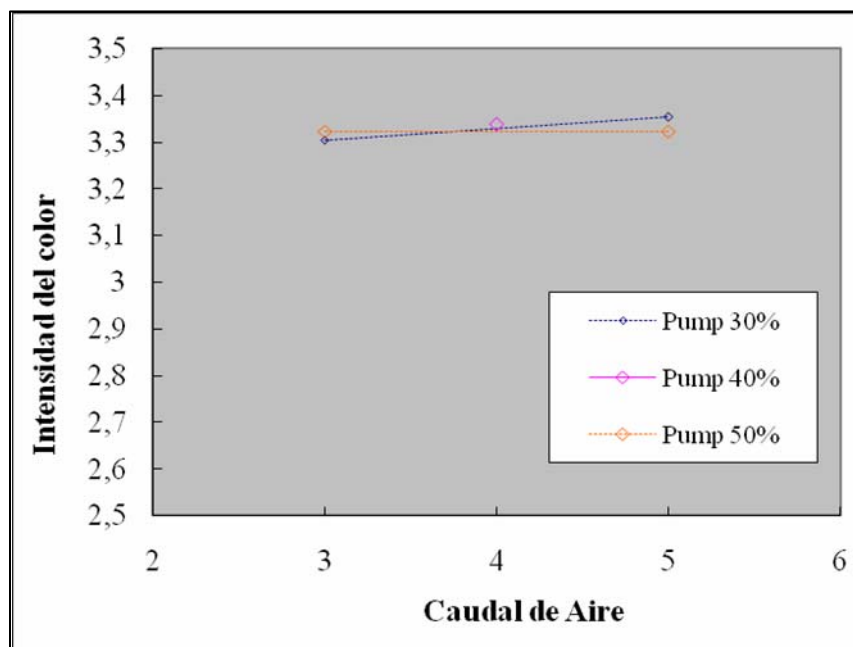


Figura 49. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en la intensidad de color del producto. Temperatura de secado 200 °C.

En cuanto a las imágenes de microscopía electrónica de barrido (Figura 50) resaltar que, a diferencia de las imágenes obtenidas a 160 °C, las partículas formadas toman una configuración espacial esférica, y el grado de pegajosidad disminuye considerablemente cuando se trabaja con aire a la entrada a una temperatura de 200 °C. El mayor grado de pegajosidad viene relacionado con el caudal de alimentación. Así, a los valores más elevados del estudio (bomba 50%) es cuando se consiguen partículas más esféricas y separadas.

Como conclusiones del estudio realizado destacar:

- Los valores más altos de rendimiento en producto se obtuvieron a una temperatura de 160 °C, con caudales de alimentación de 40% y 50%, no siendo un parámetro decisivo el caudal de aire de atomización.
- La betanina no se degradó de manera apreciable tras el secado por atomización, en ninguna de las condiciones ensayadas, ni cuando se trabajó a 200 °C.
- Podemos considerar que no hay variaciones significativas en la intensidad de color de los productos en polvo obtenidos (entre 3,2 y 3,3) en las diferentes condiciones de atomización estudiadas. Los polvos tienen por tanto propiedades tintoriales similares.

- Las fotografías de microscopía electrónica de barrido muestran la dificultad en conseguir partículas libres, si bien pueden obtenerse utilizando la temperatura de 200 °C, y atomizando con un caudal de alimentación del 40% y un caudal de aire de 4 cm.
- No se puede correlacionar, el que un polvo se haya obtenido con las partículas libres con una mejora en el rendimiento en peso bajo esas condiciones.
- Los resultados nos muestran que para el caudal de alimentación mas bajo (30%), la temperatura optima es de 160°C a cualquier caudal de aire de atomización, mientras que en el caudal intermedio (40%), el rendimiento tanto en peso como en color, es similar en ambas temperaturas. Al elevar el caudal de alimentación (50%) es necesario trabajar a la temperatura de 200 °C para ser capaz de secar todo el fluido.
- Como conclusión general, las condiciones seleccionadas en los estudios previos correspondientes al punto central: temperatura de aire de entrada 160 °C, caudal de alimentación 40% y caudal de aire de atomización en 4 cm, son adecuadas para realizar el secado por atomización, y no mejoran sustancialmente al cambiar las condiciones experimentales de secado por atomización.

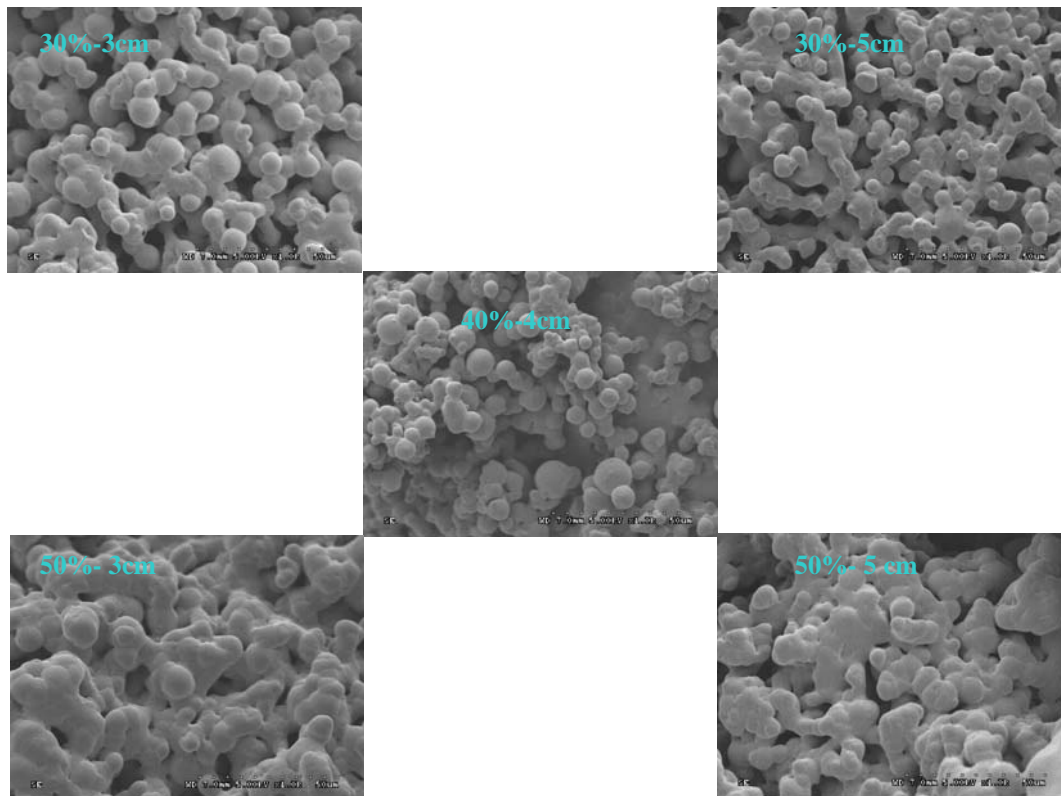


Figura 50. Fotografías de microscopía electrónica de barrido de los microencapsulados obtenidos con diferentes caudales de alimentación (30-40-50%) y de aire (3-4-5 cm). Temperatura de secado de 200 °C.

4.2. Secado por atomización de zumo de *O. stricta* con boquilla de tres vías: Estudios preliminares con el fructooligosacárido Beneo P95 y zumo de *Opuntia stricta*.

En esta sección se presenta un estudio preliminar de secado por atomización utilizando una boquilla de tres vías. Las dos vías interiores corresponden al paso de líquidos, y la vía exterior corresponde al paso del aire de atomización. La boquilla utilizada se ha descrito en la introducción, y en el apartado de materiales y métodos. La Figura 51 muestra un esquema que trata de visualizar su funcionamiento y como tiene lugar la formación de las microgotas.

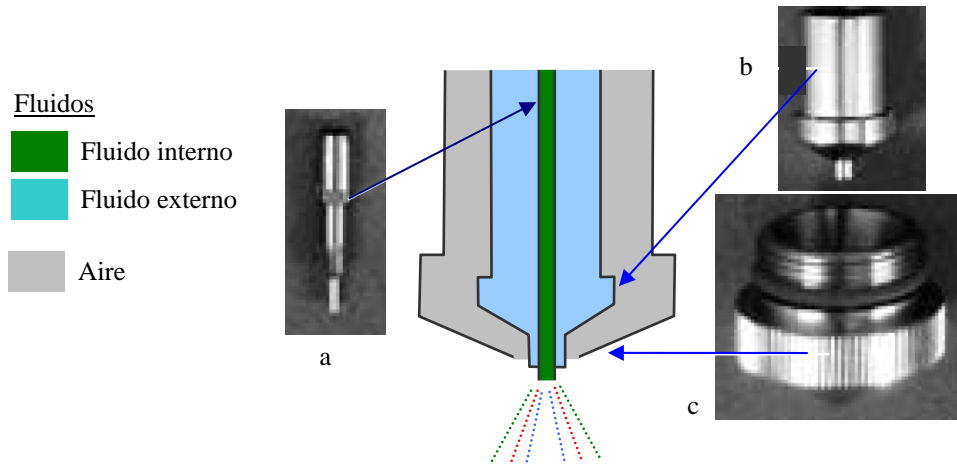


Figura 51. Esquema de la boquilla de tres vías. (a) Fluido líquido interior, (b) Fluido líquido exterior, (c) Aire de atomización

La Figura 52 muestra el detalle de la punta de la boquilla. Para realizar el dibujo se han tomado los valores del fabricante, un diámetro interno de 0.7 mm para la vía interior, y un espesor de 0.3 mm, un diámetro interno de 2 mm para la vía intermedia y un espesor de 0.2 mm, y para la vía externa un diámetro interno de 2.8 mm.

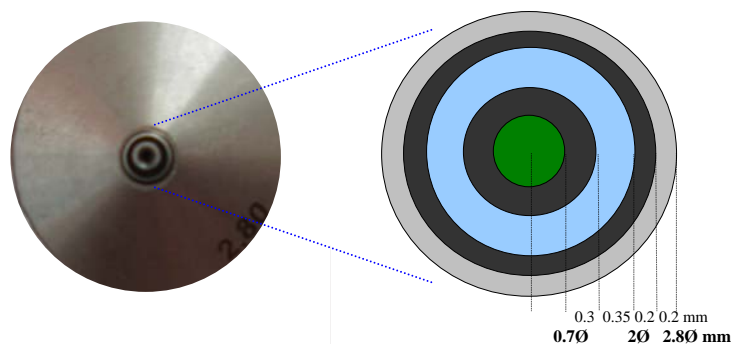


Figura 52. Alzado de la punta de la boquilla

Las medidas indicadas han permitido calcular las secciones del paso del líquido por la vía exterior y la interior. El área del anillo por la que circula el fluido exterior (1.80 mm^2) es mayor que el área por la que circula el fluido interior (0.38 mm^2), siendo la relación entre dichas secciones de 4.7. Por tanto, si se quieren obtener las mismas velocidades lineales

de ambos fluidos en la punta de la boquilla, el caudal del fluido exterior tendrá que ser 4.7 veces el caudal del fluido interior.

Para realizar este estudio se ha empleado como encapsulante el fructooligosacárido Beneo P95, pues se seleccionó como fructooligosacárido modelo y además es el encapsulante con el que hemos realizado un mayor número de experiencias con la boquilla de dos vías.

Se planteó un diseño factorial de experimentos en el que se quiere conocer la influencia de la atomización en el secado por atomización. Así, se ensayaron tres caudales de alimentación totales (20, 30 y 40%) y tres caudales de aire de atomización (3.0, 3.5 y 4.0 bares). Los caudales totales de alimentación expresados corresponden a la suma de los caudales de alimentación exterior e interior. La alimentación por la vía externa se introdujo con la bomba peristáltica del equipo, que se situó en valores de 15, 25 y 35% (2.7, 4.4 y 6.1 ml/min, respectivamente). La alimentación interior se introdujo con una segunda bomba peristáltica en posiciones de la escala 40, 60 y 90 r.p.m. (0.48, 0.74, y 1.10 ml/min, respectivamente). La relación caudal exterior/interior fue de 5.6, 5.9 y 5.6, respectivamente. La presión de 3, 3.5 y 4 bares corresponden a caudales de aire de atomización de 770, 900 y 1030 l/h, que correspondería a una altura en el rotámetro de unos 6.5, 7.5 y 8.5 cm. Con la boquilla de tres vías se han utilizado mayores caudales de aire de atomización para conseguir un buen atomizado.

El esquema del ensayo factorial que se realizó con la boquilla de tres fluidos se muestra en la Figura 53.

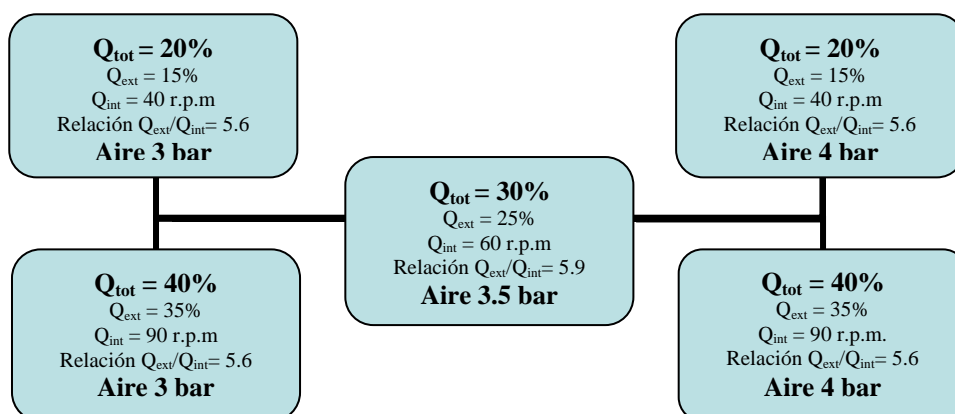


Figura 53. Descripción de las condiciones empleadas en los experimentos del análisis factorial

Las condiciones de secado de atomización que se mantuvieron constantes son:

- Caudal de aspiración: 100%
- Temperatura del aire de secado: 160 °C
- Relación entre el caudal del fluido externo e interno próxima a 6.
- La cantidad de zumo y encapsulante empleado en cada ensayo fue siempre la misma: 20 ml de zumo y 2 g de Beneo P95. El zumo (11 °brix) se utilizó siempre como fluido interior, mientras que el encapsulante y el agua fue el fluido exterior. La cantidad de agua empleada para preparar la disolución de fluido exterior se ajusta atendiendo a la relación Q_{ext}/Q_{int} , es decir, volumen de agua = volumen zumo x relación Q_{ext}/Q_{int} .

Dependiendo del ensayo la composición de los fluidos líquidos fue la siguiente:

- Ensayos 1 y 2: Caudal fluido exterior ($Q_{ext}=15\%$). Disol.: 2 g B P95 a 112 ml agua
Caudal fluido interior ($Q_{int}= 40$ r.p.m.): 20 ml zumo 11° brix
- Ensayo 3: Caudal fluido exterior: ($Q_{ext}=25\%$): Disol.: 2 g B P95 a 118 ml agua
Caudal fluido interior: ($Q_{int}= 60$ r.p.m.): 20 ml zumo 11° brix
- Ensayos 4 y 5: Caudal fluido exterior: ($Q_{ext}=35\%$): Disol.: 2 g B P95 a 112 ml agua
Caudal fluido interior: ($Q_{int}= 90$ r.p.m.): 20 ml zumo 11° brix

La concentración resultante de Beneo P95 en el fluido exterior fue de unos 18 g/l.

La alimentación se mantuvo termostata a 20 ° C.

A efectos de comparar los experimentos realizados con el zumo pasando por el interior y el encapsulante por el exterior, se estudio la situación en la que el zumo y el encapsulante se encuentran juntos en el mismo fluido, y pasan tanto por el interior como por el exterior. Así, se hizo un sexto experimento utilizando una disolución única que se preparó con 2 g B P95, 20 ml zumo hasta 138 ml con agua.

- Ensayo 6: Caudal fluido exterior: ($Q_{ext}=25\%$): Se emplean 118 ml
Caudal fluido interior: ($Q_{int}= 60$ r.p.m.): Se emplean 20 ml

En este experimento el B P95 queda a 1.44 °brix, el zumo a 1.6 °brix, y por tanto la relación B P95/ zumo es de 0.9 °brix/°brix. El tiempo, y las cantidades de zumo, encapsulante y agua empleadas al realizar el ensayo 3 y el ensayo 6 son idénticas.

A continuación se muestran mediante gráficas los resultados obtenidos en los seis ensayos realizados: el rendimiento en peso (Figura 54), el rendimiento de color (Figura 55) y la intensidad de color (Figura 56).

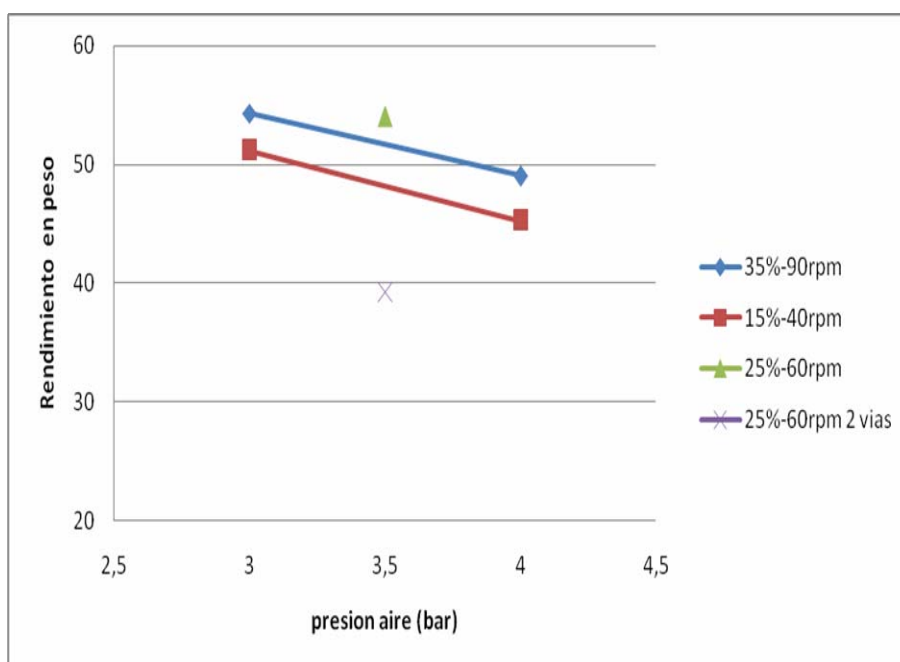


Figura 54. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en el rendimiento de producto.

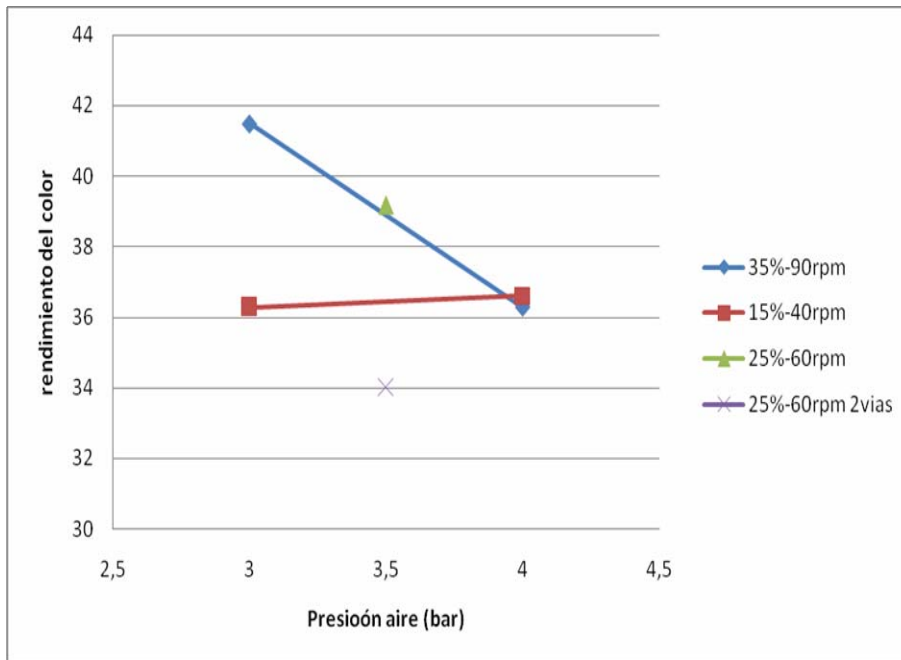


Figura 55. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en el rendimiento de color

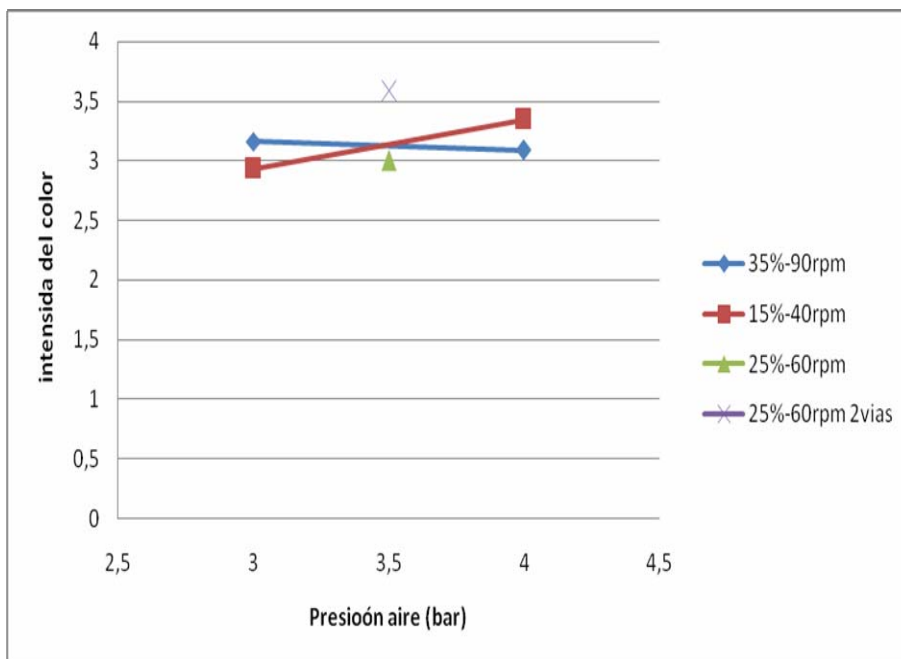


Figura 56. Efecto del caudal de aire de atomización y del caudal de alimentación en la intensidad de color.

En la Figura 54 se representa el rendimiento en peso frente al caudal de aire de atomización expresado en bares. Los datos obtenidos del rendimiento en peso son altos y se sitúan entre el 45 y 55%.. Se observa que el aumento del caudal de aire de atomización implica un descenso del rendimiento en peso, en el caso del caudal total de alimentación el rendimiento aumenta al aumentar el caudal total de atomizado.

En el caso del rendimiento en peso del punto central y comparándolo con el experimento realizado en las mismas condiciones pero con la misma composición circulando por las dos vías, el rendimiento en peso obtenido es mucho mayor en el caso del encapsulante circulando por el fluido exterior y el zumo por el interior. Es más de un diez por ciento la diferencia entre ambos resultados.

En la Figura 55 se representa el rendimiento de color obtenido en la experimentación, y los datos obtenidos se sitúan entre el 32 y 42%. La diferencia es apreciable si comparamos con los rendimientos en peso, lo que significa que a diferencia con los experimentos anteriores con la tobera de dos vías, hay una pérdida de color durante el secado por atomización. Se observa en los resultados que un aumento del caudal de aire de atomización implica un descenso de casi un 10% del rendimiento de color. De cualquier modo, el rendimiento de color obtenido en el caso del encapsulante circulando por el fluido exterior y el zumo por el interior, es mayor cuando circula la mezcla de zumo y encapsulante por las dos vías.

En la Figura 56 se representa la intensidad del color de los polvos obtenidos por secado por atomización al variar el caudal de aire de atomización (medido en bares) y el caudal total de alimentación. Los datos obtenidos de la intensidad de color se sitúan entre aproximadamente 3 y 3.5. Los valores obtenidos de la intensidad de color de las muestras no difieren significativamente.

El valor máximo de intensidad de color corresponde al experimento realizado con la mezcla de zumo y encapsulante circulando por las dos vías. Dicha diferencia en color superficial de los encapsulados se puede ver a simple vista. En la Figura 57 se observa como en el experimento realizado con encapsulante y zumo mezclados, el color es mucho más intenso superficialmente, sin embargo como se ha comprobado los resultados de liberación del color (intensidad de color) no son tan diferentes. Esto nos hace pensar que el zumo haya podido quedar recubierto por el Beneo P95.

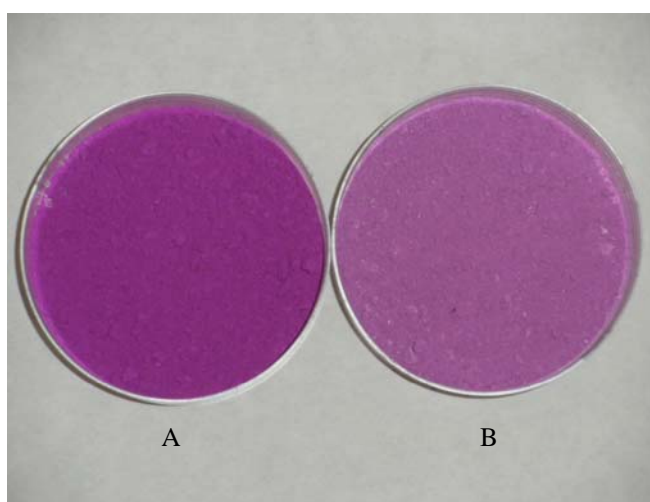


Figura 57. Fotografía de los encapsulados realizados con la mezcla en los dos fluidos en primer lugar (A) y en segundo con los dos fluidos diferentes (B).

Finalmente la Figura 58 muestra las fotografías realizadas en el microscopio electrónico de barrido de cada una de las muestras obtenidas en cada uno de los experimentos del diseño factorial.

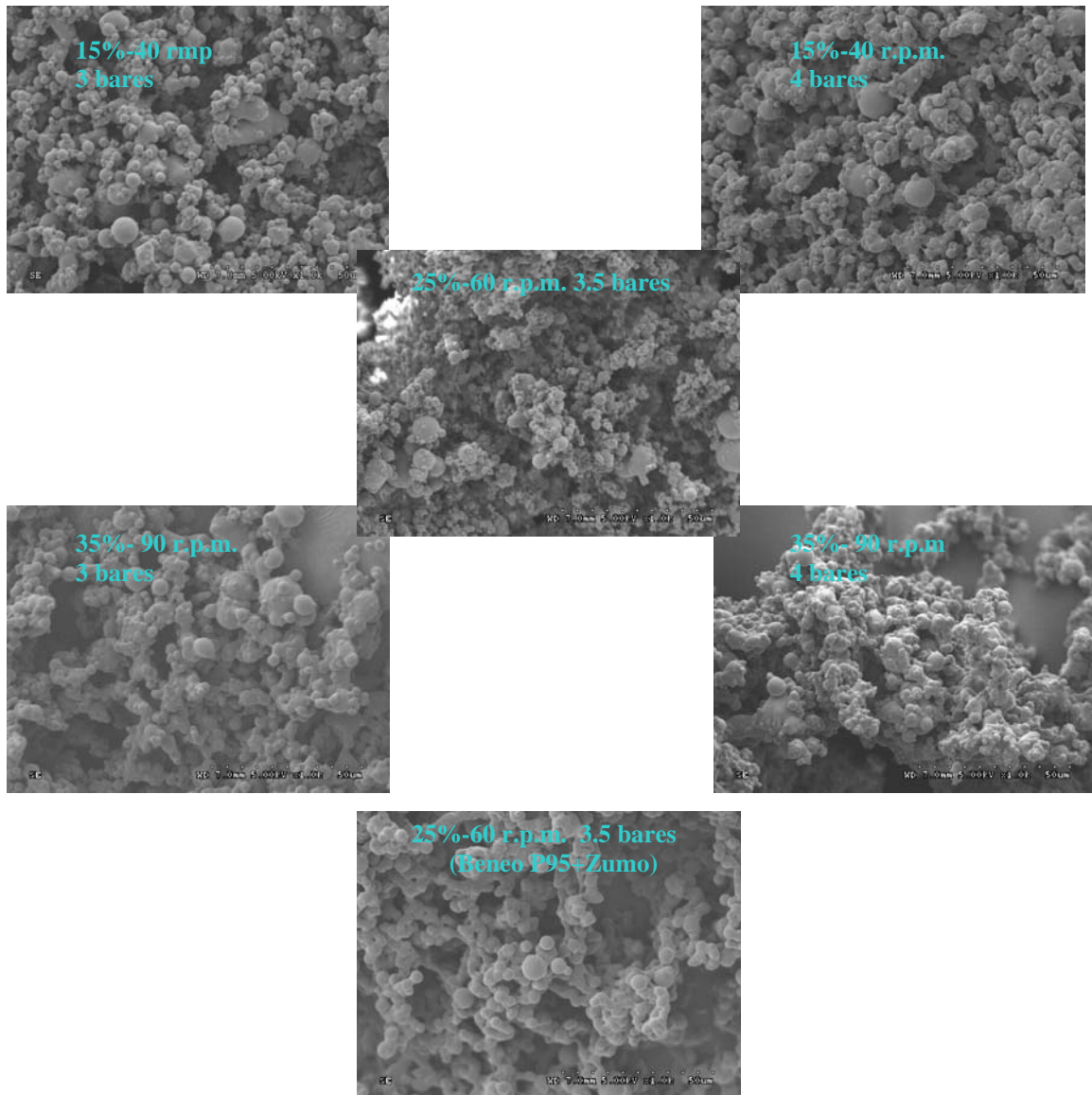


Figura 58. Fotografías de microscopía electrónica de barrido de los microencapsulados obtenidos con diferentes caudales de alimentación (15%-40 r.p.m.; 25%-60 r.p.m.; 35%-90 r.p.m.) y caudales de aire de atomización (3-4-5 cm).

En todos los casos se obtuvieron partículas esféricas que no mostraban pegajosidad. Esto mejora los resultados conseguidos con la boquilla de dos vías donde para el caso del Beneo P95 siempre se obtuvieron partículas aglomeradas y pegajosas.

Los tamaños de partícula fueron pequeños, entre 2 y 7 micras. Estos valores son inferiores a los conseguidos en los experimentos con la boquilla de dos vías, comparando con los encapsulantes que formaron esferas libres sin pegajosidad.

5. Conclusiones.

La conclusión general del trabajo presentado es que se han conseguido obtener microencapsulados funcionales en polvo con todos los ayudantes de secado ensayados, bien sean fructooligosacáridos, inulinas, maltodextrinas o jarabe de glucosa anhidra. Los rendimientos en producto han sido elevados variando entre el 50 y el 70%. Los microencapsulados funcionales en polvo muestran suficiente intensidad de color como para que puedan ser empleados comercialmente como colorantes alimentarios. Además, se ha demostrado que su poder colorante se mantiene >95% tras ser almacenados durante 5 meses a temperatura ambiente. Destacar que se ha conseguido por primera vez un colorante prebiótico con fructooligosacáridos, lo que permite ofertar un nuevo tipo de colorantes con un gran valor añadido.

Como conclusiones parciales de los diferentes experimentos destacar:

- Los rendimientos conseguidos con fructooligosacáridos son elevados (60-70%).
- La relación encapsulante/zumo de 0.9 parece ser la adecuada pues duplicar la cantidad de encapsulante supone obtener un colorante de baja intensidad de color.
- Los fructooligosacáridos (Actilight, Beneo P95), maltodextrina (Glucidex 6D) y jarabe de glucosa anhidro (Glucidex 29D), han presentado mejor comportamiento como ayudantes de secado que los preparados con inulinas (Beneo HSI, Beneo Synergy, Beneo HP, Beneo ST).
- Entre los diferentes ayudantes de secado ensayados es con la maltodextrina 6D con la que se consiguen mayores rendimientos y partículas libres no pegajosas. Las altas productividades en producto e intensidades de color obtenidas conseguidas con este ayudante de secado pueden correlacionarse con su alto valor de temperatura de transición vítrea (188 °C), y su dificultad de plastificado por el agua.
- En la optimización del secado por atomización con el encapsulante Beneo P95, los valores más altos de rendimiento en producto se obtuvieron a una temperatura de 160 °C, y con caudales de alimentación de 40% y 50%, no siendo un parámetro decisivo el caudal de aire de atomización. Así, temperatura de aire de entrada 160 °C, caudal de alimentación 40% y caudal de aire de atomización en 4 cm, son adecuadas para realizar el secado por atomización, y no mejoran sustancialmente al cambiar las condiciones experimentales de secado por atomización.
- La betanina no se degradó de manera apreciable tras el secado por atomización, en ninguna de las condiciones ensayadas, ni cuando se trabajó a 200 °C.
- Podemos considerar que no hay variaciones significativas en la intensidad de color de los productos en polvo obtenidos con una relación encapsulante/zumo de 0.9 en las diferentes condiciones de atomización estudiadas, y los polvos tienen por tanto propiedades tintoriales similares.
- En los estudios preliminares utilizando la boquilla de tres fluidos y el encapsulante Beneo P95, podemos determinar que el rendimiento es ligeramente inferior si comparamos con los experimentos realizados con la boquilla de dos vías en cuanto al

rendimiento en peso, situándose entre un 45 y 55%. Las condiciones estudiadas en las que se alcanza un mayor rendimiento son las de menor caudal y menor aire de atomizado.

- En los estudios preliminares utilizando la boquilla de tres fluidos y el encapsulante Beneo P95 se observa que en el experimento realizado con encapsulante y zumo mezclados, el color es mucho más intenso superficialmente, y puesto que se ha comprobado que la intensidad de color son similares, esto nos hace pensar que el zumo haya podido quedar en el interior y recubierto por el Beneo P95.
- En los estudios preliminares utilizando la boquilla de tres fluidos y el encapsulante Beneo P95 se obtuvo en todos los casos partículas esféricas que no mostraban pegajosidad. Esto mejora los resultados conseguidos con la boquilla de dos vías donde para el caso del Beneo P95 siempre se obtuvieron partículas aglomeradas y pegajosas. Los tamaños de partícula fueron pequeños, entre 2 y 7 micras. Estos diámetros de partícula son menores a los conseguidos en los experimentos con la boquilla de dos vías, comparando con los encapsulantes que formaron esferas libres sin pegajosidad.

6. Bibliografía

- Abadio, F.D.B., Domingues, A.M., Borges, S.V. y Oliveira, V.M. (2004). Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice-effect of maltodextrin concentration and atomization speed. *Journal of Food Engineering*, 64 (3), 285–287.
- Bhandari, B.R., Datta, N. y Howes, T. (1997). Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*, 15(2), 671-684.
- Bhandari, B.R. y Howes, T. (2000). Glass transition in processing and stability of food. *Food Australian*, 52, 579-585.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, A.M. y Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6 (4), 420–428.
- Castellar, M.R., Obón, J.M., Alacid, M. y Fernández-López, J.A. (2003) Color properties and stability of betacyanins from *Opuntia* fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 2772-2776.
- Castellar, M.R., Obón, J.M. y Fernández-López, J.A. (2006). The isolation and properties of a concentrated red-purple betacyanin food colourant from *Opuntia stricta* fruits. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86, 122-128.
- Chiou, D. y Langrish, T.A.G. (2007). Development and characterization of novel nutraceutical with spray drying technology. *Journal of Food Engineering*, 82, 84-91.
- Gibbs, B. F., Kermasha, S., Alli, I. y Mulligan, C. N. (1999). Encapsulation in the food industry: A review. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 50, 213–224.
- Hellman, J. (2000) “Farmacotécnica Teórica y Práctica”, Vol. I - VIII. Ed. Continental, México.
- Masters, K. (2002) *Spray Drying in practice*. Ed. SprayDryConsult International ApS, Charlottenlund, Denmark.
- Mujumdar, A.S. (1995). *Handbook of Industrial Drying*. Ed. Marcel Dekker, Inc., New York. pp. 263-309.
- Obón, J.M., Castellar, R., Cascales, J.A., Almela, L. y Fernández-López, J.A. (2003). Propiedades multifuncionales del higo chumbo en *II National Congress on Food Science and Technology*, Ed. CEE Limencop, S.L., Alicante, pp 229-232.
- Obón, J.M., Castellar, M.R., Alacid, M. y Fernández-López, J.A. (2009). Production of a red–purple food colorant from *Opuntia stricta* fruits by spray drying and its application in food model systems *Journal of Food Engineering*, 90, 471-479.

- Vilstrup, P. (2004). *Microencapsulation of Food Ingredients*. Ed. Leatherhead International Limited, Surrey, UK. pp 1- 47.
- Quek, S.Y., Chok, N.K. y Swedlund, P. (2007). The physicochemical properties of spray dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, 46 (5), 386–392.
- Re, M.I. (1998). Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*, 16, 1195–1236.
- Righetto, A.M., y Netto, F.M. (2005). Effect of encapsulating materials on water sorption, glass transition and stability of juice from immature acerola. *International Journal of Food Properties*, 8 (2), 337–346.
- Ronkart, S.N, Deroanne, C., Paquot, M., Fougnyes, C., Lambrechts, J.C., y Blecker, C.S. (2007). Characterization of the Physical State of Spray-Dried Inulin. *Food Biophysics*, 2, 83–92.
- Roos, Y. y Karel, M. (1991). Water and molecular weight effects on glass transitions in amorphous carbohydrates and carbohydrate solutions. *Journal of Food Science*, 56 (6), 1676-1681.
- Snow, R.H. (2003) *Spray Dryers. A Guide to Performance Evaluation*. American Institute of Chemical Engineers. NY.
- Vehring, R. (2008) Pharmaceutical particle engineering via spray drying. *Pharmaceutical Research*, 25(5), 999-1022.
- Vila Jato, J. L. (1997). “Tecnología Farmacéutica”. Vol. I. Ed. Síntesis. S.A., Madrid. capítulo 10.
- Zimeri, J.E. y Kokini, J.L. (2002). The effect of moisture content on the cristallinity and glass transition temperature of inulin. *Carbohydrate Polymers*, 48, 299-304.