



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

ASPECTOS HIDRODINAMICOS EN LA FORMACION DE
EMULSIONES LACTEAS

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUÍMICA DE ALIMENTOS

P R E S E N T A :

ISAIAS HERNANDEZ COVARRUBIAS



EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUIMICA

MÉXICO, D. F.

2005

m348925





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

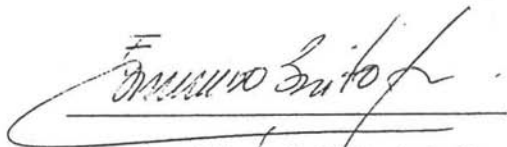
Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.


Presidente	Prof. MARIA DE LOS ANGELES VALDIVIA LOPEZ
Vocal	Prof. MARCOS FRANCISCO BAEZ FERNANDEZ
Secretario	Prof. EDMUNDO BRITO DE LA FUENTE
1er. Suplente	Prof. LUIS MEDINA TORRES
2o. Suplente	Prof. ROSA MARIA ARGOTE ESPINOSA

Sitio donde se desarrollo el tema

Facultad de Química, conjunto E, lab. 313 Ingeniería de Alimentos,
Ciudad Universitaria, UNAM.



Asesor Dr. Edmundo Brito de la Fuente



Sustentante Isaías Hernández Covarrubias

AGRADECIMIENTOS

➤ Primeramente a ti Dios Padre, por tu presencia en mi vida a través de este logro, gracias por mostrarme tu misericordia a lo largo de mi caminar; este triunfo nunca lo hubiera alcanzado si tú no hubieras estado a mi lado, gracias por que “Me has sostenido (y me sostendrás) con tu diestra de poder”.

➤ A mi familia; por su incansable apoyo y confianza, orgulloso estoy de formar parte de ustedes; a mi Padre, quien me ha enseñado a luchar por cada meta planteada en la vida y a esforzarme día con día para lograrla; a mi Madre, por su gran amor y cariño para mi vida, gracias Mamá (Eres la mejor); a mi hermano Iván por caminar a mi lado siempre (hombro a hombro) y por ser el factor más importante para que este triunfo se cumpliera, “gracias Flaco”; a mi hermana Isabel, quien desde un inicio me encamino a lograr esta meta, gracias por tus cuidados durante cada etapa de mi vida; a mis pequeños hermanos, Abelardo, Ana, Nayeli y Janeth, gracias por hacer de mi vida una alegría, los quiero mucho.

➤ A Elizabeth Brindis; por todo su apoyo para este triunfo, por haber estado junto a mi desde la primera etapa, hasta ultima de este proyecto; gran parte de éste te lo debo a ti Eli, gracias; cuando comencé este proyecto te conocí, y hoy puedo decir que, este proyecto lo he concluido llevándome un gran conocimiento, y que nuestra amistad es la más valiosa experiencia que día con día estoy viviendo; gracias por extenderme tu mano, sin ella esto no hubiera sido posible; nuevamente gracias y que Dios te bendiga Güera. “En todo tiempo ama el amigo y es como un hermano en tiempos de angustia”.

➤ Al Dr. Edmundo Brito DLF; a quien desde que conocí, ha sido de grande bendición para mí y mi familia, gracias por permitirme formar parte de su grupo de trabajo, y por todas las oportunidades y confianzas que ha puesto en mí; es usted un ejemplo a seguir. El concluir este documento es parte del compromiso que me he forjado en la vida, gracias por impulsarme a lograrlo a través de este proyecto asignado. Dios le bendiga siempre.

➤ A mis mejores amigos; Cesar, gracias por la gran amistad que me ofreces, eres como un hermano para mí; tú y tu familia fueron de gran apoyo durante toda esta etapa, mil gracias por abrirme las puertas de tu casa. Marco, el trabajar a tu lado ha sido de bendición, impulso y experiencia para mi vida. Raquel, Francia y Javier, gracias por su amistad y apoyo, son de lo mejor.

➤ A la Facultad de Química (profesores, asesores, compañeros y a todo el personal en general), por permitirme pasar una etapa de mi vida en compañía de ustedes, gracias por todo el apoyo durante esta etapa, sin ustedes no existiría este momento.

➤ A la compañía Fresenius-Kabi, por todas las facilidades otorgadas para el uso de los equipos de trabajo empleados en este proyecto; a la gente de control de calidad, a los incansables compañeros de Investigación y Desarrollo (especialmente a Patricia Sánchez “gracias por todas tus recomendaciones”), y a todo el personal en general, muchas gracias.

INDICE

INTRODUCCIÓN AL ESTUDIO	1
RESUMEN	3
CAPITULO 1 MARCO TEORICO Y REVISIÓN DE LITERATURA	4
1.1 <i>Emulsión</i>	5
1.1.1 <i>Generalidades sobre la formación de emulsiones</i>	6
1.1.2 <i>Emulsificantes</i>	10
1.1.2.1 <i>Función de emulsificantes</i>	11
1.1.2.2 <i>Tipos de emulsificantes</i>	11
1.2 <i>Reología</i>	12
1.2.1 <i>Objetivo</i>	12
1.2.2 <i>Propiedades reológicas</i>	13
1.2.3 <i>Importancia de la reología</i>	13
1.2.4 <i>Ley de Newton</i>	15
1.2.5 <i>Tipos de fluidos</i>	16
1.2.5.1 <i>Fluidos Newtonianos</i>	16
1.2.5.2 <i>Fluido no- Newtonianos</i>	17
1.2.5.2.1 <i>Fluidos independientes del tiempo</i>	17
1.2.5.2.2 <i>Fluidos dependientes del tiempo</i>	20
1.3 <i>Procesos de dispersión y mezclado</i>	21
1.3.1 <i>Dispersión</i>	21
1.3.2 <i>Mezclado</i>	23
1.3.2.1 <i>Importancia y problemática de dispersión-mezclado</i>	24
1.3.2.2 <i>Operaciones relacionadas con el mezclado</i>	25
1.3.3 <i>Caracterización hidrodinámica</i>	27
1.4 <i>Homogenización</i>	27
1.4.1 <i>Homogenizadores de alta cizalla</i>	29

1.4.1.1	<i>Homogenizadores tipo rotor-estator</i>	30
1.4.1.1.1	<i>Características de operación</i>	33
1.4.1.1.2	<i>Aplicaciones de los rotores-estatores</i>	36
1.4.2	<i>Homogenizadores de presión</i>	37
1.4.2.1	<i>Composición y características de operación</i>	37
1.4.2.2	<i>Aplicaciones</i>	39
1.4.3	<i>Estudios con equipos de homogenización</i>	40
CAPITULO 2	<i>HIPOTESIS, PROBLEMA DE ESTUDIO Y OBJETIVOS</i>	43
1.1.1	<i>Hipótesis</i>	44
1.1.2	<i>Problema de estudio</i>	44
1.1.3	<i>Objetivos</i>	45
CAPITULO 3	<i>DESARROLLO DEL ESTUDIO</i>	46
1.1.1.1	<i>Descripción experimental</i>	47
1.1.1.2	<i>Composición y preparación de la emulsión</i>	50
1.1.1.3	<i>Proceso</i>	52
1.1.1.4	<i>Parámetros de análisis</i>	53
CAPITULO 4	<i>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</i>	54
IV.1	<i>Análisis realizados para las emulsiones de estudio</i>	55
IV.1.1	<i>Densidad</i>	56
IV.1.2	<i>pH</i>	59
IV.1.3	<i>Vitamina C</i>	61
IV.1.4	<i>Cremado</i>	65
IV.1.5	<i>Viscosidad</i>	69
IV.1.6	<i>Observación visual</i>	72
IV.1.7	<i>Observación al microscopio</i>	74
IV.1.8	<i>Tamaño de partícula</i>	80

<i>CONCLUSIONES</i>	86
<i>RECOMENDACIONES</i>	87
<i>BIBLIOGRAFÍA</i>	88
<i>APENDICE 1</i>	93
<i>APENDICE 2</i>	104

INTRODUCCION AL ESTUDIO

Dentro del panorama alimenticio, las emulsiones son un grupo de sustancias comestibles muy utilizadas en la industria de alimentos. Dicho uso se ha incrementado considerablemente en los últimos años, originándose así, un campo de investigación fértil en la actualidad, cuya finalidad es la de proveer nuevas alternativas de diversidad y economía, tratando de satisfacer una área en continúa evolución como lo es la industria alimentaría.

El incremento que han tenido las emulsiones en la industria alimentaría, en particular las emulsiones lácteas, ha permitido proponer a estos productos como parte de una gran estrategia para prevenir la desnutrición, mediante su consumo enteral (Vg., emulsiones para nutrición enteral), ya que a través de estos productos se puede aportar sustancias nutritivas directamente al aparato digestivo en pacientes que no pueden comer una alimentación natural. En un amplio sentido, este tipo de alimentación se define como la administración por vía oral de dietas poliméricas líquidas, química y nutrimentalmente bien definidas (Montejo, 2000).

Existen otros productos alimenticios que se encuentran en forma de emulsión, como es el caso de bebidas, pasteles, dulces, margarinas, cremas, saborizantes, encurtidos, levaduras, huevos, etc.

Es claro entonces que, las emulsiones se encuentran en muchos productos alimenticios, además en una gran variedad de productos industrializados para la agricultura, como son los herbicidas, los insecticidas y funguicidas. Así mismo, se encuentran dentro de la industria farmacéutica en diferentes formas y funciones, destacando los cosméticos y formulaciones con actividad farmacológica.

El poder estructurar y producir una emulsión estable, depende de factores de suma importancia como son: (i) las características físicas y químicas de los ingredientes (incluyendo el tipo de emulsificante y su concentración), (ii) la tecnología seleccionada para la formación de la emulsión y (iii) las condiciones de procesos (temperatura, presión, orden de adición de ingredientes, tiempo de residencia, etc.) (Brennan, 1998). Pocos estudios relacionados con la interacción de los factores antes mencionados están disponibles en la literatura científica. Más aun, la mayoría de estudios son con sistemas modelo o con formulaciones simples, para proteger intereses comerciales y patentes. Lo anterior añade complejidad al campo de las emulsiones, cuando se trata de productos específicos.

RESUMEN

En este estudio se evalúan 3 técnicas diferentes en la preparación de emulsiones lácteas, particularmente del tipo dietas poliméricas. Las 3 técnicas son evaluadas en términos hidrodinámicos, pero con énfasis en los resultados que las diferentes condiciones hidrodinámicas producen en la emulsión final (Vg., estabilidad y características físico-químicas). Con este estudio, se pretende conocer el efecto que presentan diferentes tecnologías o hidrodinámicas en la estabilidad de una emulsión.

Como caso de estudio, se trabajó con una emulsión formada bajo diferentes condiciones **hidrodinámicas, no solo referidas a tecnología sino también a procesos**. Los productos obtenidos fueron estudiados en términos de estabilidad siguiendo su vida de anaquel bajo condiciones aceleradas (40°C/105 días). Las condiciones hidrodinámicas empleadas fueron:

- Rotor-Estator (R-S): velocidades del rotor en el rango 1000 - 3000 rpm
- Homogenizador de alta presión (HPH): presiones en el rango 150 - 350 bar
- Combinaciones R-S + HPH:
 - ❖ 3000 rpm / 3 minutos + 150 bar
 - ❖ 3000 rpm / 3 minutos + 250 bar
 - ❖ 3000 rpm / 3 minutos + 350 bar

Los resultados obtenidos demuestran que las emulsiones formadas a través de HPH, son más estables en comparación con aquellas formadas mediante R-S; y que la combinación de ambas tecnologías (HPH y R-S) muestra similitud a la del empleo único de HPH.

Además las condiciones hidrodinámicas de proceso empleadas en ambas tecnologías (variación de presión y velocidad) proporcionan diferentes propiedades de estabilidad en la emulsión estudiada (viscosidad, cremado y tamaño de partícula).

CAPITULO I

MARCO TEORICO Y REVISION DE LITERATURA

MARCO TEORICO Y REVISIÓN DE LITERATURA

1.1 Emulsión

Emulsión se define como la unión íntima de dos líquidos normalmente inmiscibles; uno de ellos (la fase discontinua, dispersa o interna) se dispersa, en forma de pequeñas gotas o glóbulos que tienen entre 0.1 y 50 μm de diámetro, en el otro (fase continua, dispersante o externa); a través de un proceso de mezclado (emulsificación). (Charalambous and Doxastakis, 1989).

En la mayoría de las emulsiones, los dos líquidos implicados son agua y aceite, aunque, rara vez sean agua pura y aceite puro. La fase acuosa puede consistir en una disolución de sales, azúcar u otros productos orgánicos o coloidales (materiales hidrófilos) (Fennema, 1993). La fase grasa puede estar constituida por aceites, hidrocarburos, ceras, resinas u otras sustancias que se comporten como aceites (sustancias hidrófobas). Para poder preparar una emulsión estable es preciso añadir un tercer tipo de sustancia, denominada emulgente o emulsificante (Wong, 1995).

Otro tipo de emulsión comúnmente usada en la rama de los alimentos es la de aire en un líquido, teniendo como ejemplo a los merengues y cremas batidas para pastelería. En estos productos una característica deseada es la formación y la estabilidad de la espuma formada (Charalambous and doxastakis, 1989).

Al formular una emulsión, se deben considerar los siguientes aspectos:

- 1) El emulgente utilizado debe favorecer el tipo de emulsión requerida, es decir, aceite / agua o agua / aceite.
- 2) La relación de volumen de fase (PV), es decir, el porcentaje en volumen que representa la fase interna, regula el tipo de emulsión formada.
- 3) Se debe especificar la temperatura de emulsión. La tensión interfacial y la viscosidad disminuyen al aumentar la

temperatura. El límite superior de temperatura depende de la sensibilidad al calor de los ingredientes. Temperaturas de hasta 70 °C son corrientes para los productos lácteos (Brennan, 1998).

Por regla general es mejor preparar las dos fases por separado. Algunas gomas y coloides hidrófilos se deben dispersar en la fase acuosa, para minimizar el hinchamiento y la formación de grumos (Brennan, 1998).

1.1.1 Generalidades sobre la formación de emulsiones

En el estado actual de nuestros conocimientos acerca de la formación de emulsiones, el único método verdaderamente satisfactorio para ensayar una emulsión es prepararla y usarla en escala completa, lo cual se puede hacer en muy contados casos.

Los ensayos se pueden dividir en dos clases:

- Ensayos que pueden ser reproducidos en el laboratorio en grado razonable.
- Los que no pueden ser reproducidos

El primer grupo de ensayos incluye en su mayor parte, productos (emulsiones) que pueden ser fácilmente reproducibles **a escala laboratorio**, con una semejanza cercana a la deseada en escala industrial (grandes lotes). El segundo grupo suele incluir productos con severos problemas de escalamiento y de estabilidad, sobre todo durante el almacenamiento. Este tipo de consideraciones es importante sobre todo durante el desarrollo de nuevos productos y/o aplicaciones. Sin duda, **uno de los problemas más severos asociados al éxito comercial de una emulsión es la estabilidad** (Brennan, 1998).

El continuo desarrollo de nuevos productos alimentarios y su continua mecanización han incrementado el uso de emulsiones alimentarias en muchas

ramas de esta industria. De ahí, la necesidad de un mayor conocimiento de sus propiedades (Man, 1994), en particular de aquellas ligadas a la estabilidad.

La estabilidad de emulsiones es un concepto cinético complejo debido a la gran diversidad de formulaciones existentes, tecnologías disponibles y condiciones de proceso empleadas durante su fabricación. Existen diversos métodos para evaluar la estabilidad de emulsiones. Uno de los métodos más usuales es observar la velocidad de formación de nata y/o de sedimentación (Fenema, 1993). En otras emulsiones, la estabilidad se evalúa siguiendo la pérdida de funcionalidad del producto, en adición a los factores físico-químicos, ligados a la formulación, que pueden producir deterioro del producto. En la producción de emulsiones, se deben hacer periódicamente análisis de la composición (contenido de aceite o agua), facilidad de dispersión, distribución de tamaño de partículas y largas pruebas de estabilidad donde se da seguimiento a varias propiedades funcionales del producto (Vg., densidad, pH, punto de ebullición y congelación, viscosidad y características sensoriales). A pesar de toda esta información, más o menos disponible, aun hay mucho por hacer para conocer con más detalle los mecanismos específicos responsables de la pérdida de estabilidad, particularmente en el caso de emulsiones complejas (Brennan, 1998).

Las emulsiones son termodinámicamente inestables debido a la gran cantidad de energía libre en la interfase y se desestabilizan mediante tres mecanismos:

- A) **Formación de nata o sedimentación:** Producida por la acción de la fuerza de gravedad y diferencia de densidades entre las fases presentes. Lo que ocurre en este caso es que la nata sube a la superficie, aunque la formación de nata no es deseable, no indica de ningún modo la ruptura de la emulsión, aunque es una manifestación de un proceso que puede llevar eventualmente a la des-emulsificación.

- B) **Agregación o floculación:** La adherencia de las gotas produce la floculación de glóbulos que se mueven en conjunto y no individualmente como debe de ser. La floculación no implica la ruptura de la estructura íntegra de la película interfacial que rodea cada glóbulo, y por lo tanto no implica cambio en el tamaño de los glóbulos individuales. La principal causa de floculación es la carga electrostática en la superficie de las gotas ó porque el tamaño de las partículas no es uniforme.
- C) **Coalescencia:** Es la tercera forma de desestabilización y la más grave ya que implica la ruptura de la película interfacial. Lo anterior comienza con la agrupación de gotas hasta la formación de otra de mayor tamaño, este es el fenómeno conocido como coalescencia. La fase previa de la coalescencia es el contacto estrecho entre los glóbulos, la formación de nata, la segregación y el movimiento browniano.

Las emulsiones también tienden a lograr una gran estabilidad dependiendo de la elección del emulsificante, ya que éste va a estabilizar y a proteger la emulsión, evitando así fenómenos como la coalescencia o sedimentación (Wong, 1995).

En resumen y de manera general, los factores más relevantes que contribuyen a la estabilidad de una emulsión son (Fellows, 1994):

- A) **Reducción de tensión interfacial:** La interacción de la porción hidrófila del emulsionante con la fase acuosa provoca la significativa reducción de tensión superficial en el agua, además forma una barrera que evita la coalescencia entre las gotas de la fase dispersa.

- B) **Repulsión de cargas eléctricas:** La estabilidad se atribuye en gran medida a la presencia de fuerzas repulsivas en la superficie de las gotas en suspensión. El efecto repelente que procede es responsable de la estabilidad del sistema, puesto que evita el acercamiento extremo de partículas o gotas y la subsiguiente agregación.
- C) **Aumento de viscosidad en la fase continua:** El aumento de viscosidad en la fase continua hace que se bloquee la movilidad de las gotas, por lo que el incremento de este parámetro retarda la separación de fases, esta viscosidad se manipula de acuerdo a las necesidades que se presenten.
- D) **Tamaño de partícula dispersa:** El tamaño de partícula o radio de la fase dispersa influye en la estabilidad y propiedades ópticas de la emulsión. A medida que el tamaño de partícula de las gotas dispersas son más pequeñas, más estable será el sistema y visualmente se observa más translúcida.
- E) **Películas interfaciales:** Los emulgentes forman alrededor de la fase dispersa una barrera física que impide la segregación de partículas, se sabe que esta película adsorbida debe de estar en la fase continua además de ser elástica y resistente a la deformación (Garti, 2001).
- F) **Factores térmicos:** Al aumentar la temperatura, la energía cinética impartida a las moléculas superficiales sobrepasa las fuerzas de atracción y las fuerzas de cohesión entre moléculas se aproximan a cero llamándose temperatura crítica donde desaparece la tensión superficial. La estabilidad de una emulsión con respecto a la temperatura es de gran importancia práctica, ya que algunas emulsiones alimentarias son almacenadas durante periodos largos de tiempo en los cuales pueden estar expuestas a temperaturas extremadamente altas o bajas. Ya que

al aumentar la temperatura, aumenta la velocidad entre partículas y una posible floculación (Choi, 1986).

I.1.2 Emulsificantes

Los agentes emulsificantes son un grupo de aditivos muy utilizados en la industria de los alimentos, dicho uso se ha incrementado considerablemente en los últimos años, originando así, un campo de investigación fértil en la actualidad, cuya finalidad es la de proveer nuevas alternativas de diversidad y economía (Becher,1991).

El Reglamento de la ley General de Salud define a un emulsificante como cualquier sustancia o mezcla de sustancias que favorecen en forma permanente la suspensión de un producto, así como, los que obran como protectores de la investigación (Reglamento de la ley general de salud, 1998).

El Codex Alimentarius establece que un emulsificante es aquella sustancia que hace posible la formación o el mantenimiento de una mezcla homogénea de dos ó más fases líquidas no miscibles, como el aceite y el agua en un alimento (Codex alimentarius vol. XVI, 1991).

Las sustancias utilizadas como emulgentes son muy numerosas y variadas: unas naturales, como las proteínas, los fosfolípidos y los esteroides; otras sintéticas, como los ésteres de propilenglicol, los ésteres sorbitánicos de los ácidos grasos, los ésteres de celulosa, la carboximetilcelulosa y muchas otras. La mayoría de los emulgentes son sustancias anfifílicas, cuyas moléculas tienen grupos polares y no-polares (Cortes, 1998).

I.1.2.1 Función de emulsificantes

Los emulsificantes cumplen dos funciones durante la formación de emulsiones:

- Reducir la tensión interfacial entre los líquidos a emulsionar.
- Proteger la emulsión formada, evitando la coalescencia de las gotas de la fase interna.

Si el desequilibrio entre los grupos polares y los apolares es grande y domina claramente uno de los dos, el emulgente es muy soluble en una de las fases; no permanecerá en la interfase y, por lo tanto, no actuará como estabilizador de la emulsión. Es en la interfase de los dos líquidos inmiscibles, donde se localiza la energía libre procedente del desequilibrio de las fuerzas de cohesión de los dos líquidos (tensión interfacial), esta energía provoca la contracción de la interfase, para formar el área interfacial más pequeña posible (Valdés, 1993).

En una emulsión, la fase interna siempre tiende a formar pequeñas gotas esféricas, que son las que tienen el área interfacial más pequeña por unidad de volumen del líquido. La formación de una emulsión supone la creación de un gran número de interfases, en contra a la tendencia de contraerse provocada por la tensión interfacial. Cuanto mayor es la tensión interfacial, más difícil es formar una emulsión y más inestable tiende a ser ésta (Fellows, 1994).

I.1.2.2 Tipos de emulsificantes

Los estabilizantes autorizados por el reglamento Mexicano de la ley general de salud y que son de mayor uso comercial son los siguientes (Cortes, 1998):

- Lecitina
- Monodiglicéridos y diglicéridos de ácidos grasos saturados o insaturados de aceites y grasas comestibles esterificados ó no, con

- 1) Ácidos acético, cítrico, láctico y diacetil tartarico.
- 2) Estearoil lactilato de sodio y de calcio.
- 3) Esteres de sacarosa
- 4) Esteres de sorbitan.
- 5) Esteres de polioxietileno.

1.2 Reología

1.2.1 Objetivo

La reología o ciencia de la deformación de la materia abarca diversos aspectos, se ocupa preferentemente de la deformación de los cuerpos aparentemente coherentes, pero con frecuencia trata también de la fricción entre sólidos, del flujo de polvos, e incluso de la reducción de partículas, o molturación. Es una rama de la física relacionada con la mecánica de la deformación de los cuerpos (Muller, 1982).

El objetivo de toda definición es en primera instancia exponer con claridad y exactitud el significado de un término. En el caso de la reología de alimentos es conveniente abundar en los caracteres genéricos del término para comprender las implicaciones del mismo.

El intentar dar una visión de todo lo que implica la reología no es fácil, sin embargo, es una ciencia en la que todavía hay mucho que revisar, estudiar y perfeccionar. Es pues una ciencia abierta a todo aquel que se interese en el estudio de la deformación y el flujo de los materiales, es también una ciencia que urge ser comprendida pero sobre todo aplicada.

I.2.2 Propiedades reológicas

Las propiedades reológicas fundamentales son: elasticidad, plasticidad, viscosidad y límite elástico; a partir de estas propiedades pueden derivarse otras, llamadas secundarias o complejas que resultan de la combinación de las primarias o fundamentales. Existen además otras propiedades reológicas a las que se les ha llamado tecnológicas, para las cuales se han desarrollado métodos de medición específicos, entre estas propiedades están: penetración, ductilidad, tixotropía, etc. La viscosidad (η) se define como la relación de la fuerza de deslizamiento y la velocidad de deslizamiento; la velocidad es propia del flujo sencillo en régimen laminar (es decir flujo laminar con aerodinamismo paralelo). La velocidad de deslizamiento entonces es igual al gradiente de velocidad (y), que es perpendicular a la dirección del flujo (Walstra y Gene, 1987).

Los productos lácteos concentrados esterilizados gelan a menudo, fenómeno conocido como 'gelación por envejecimiento'. Los autores que han estudiado este fenómeno concluyen que el envejecimiento de la leche se da en un periodo igual o mayor a 4 meses, en condiciones de almacenamiento a una temperatura de 40°C. En el envejecimiento de la leche, las micelas de caseína forman una red, pero la explicación de este fenómeno todavía se desconoce. Al parecer, serían dos los mecanismos responsables: (i) la degradación proteolítica de la caseína que hace a las micelas sensibles a la agregación y (ii) reacciones químicas entre las proteínas y diversos ingredientes de la leche, lo que parece indicar la intervención de los enlaces químicos cruzados (Walstra y Gene, 1987).

I.2.3 Importancia de la reología

Podemos mencionar cuatro razones fundamentales para justificar el estudio del comportamiento reológico de los cuerpos (Muller, 1982):

- 1) Como ya mencionamos, contribuye al conocimiento de su estructura.

2) En la industria se efectúan con frecuencia medidas reológicas sobre materias primas y los productos en elaboración, que son de gran utilidad para el control de los procesos.

3) La reología presta un valiosa ayuda al diseño de las máquinas; es preciso que las tuberías y bombas se adecuen a las características de los productos con los que se van a ser utilizadas. Cuanto mejor se conozca la reología del producto mejor se entenderán los procesos de flujo.

4) Las características reológicas influyen de un modo considerable en la aceptación de un producto (Muller, 1982).

Hasta el momento, la investigación reológica sobre los alimentos ha sido de dos tipos:

- Básica. En la que se caracteriza el comportamiento reológico, en diversas condiciones de concentración, temperatura, pH, rangos de velocidad de corte, entre otros.
- Aplicada. En la que además de lo anterior, se estudian las causas estructurales y/o funcionales del comportamiento reológico.

La importancia de estas investigaciones radica en que proporcionan información original que puede ser aplicada al cálculo o al diseño de sistemas y equipos que manejan dichos alimentos. Así mismo puede ser punto de partida para otras investigaciones que profundicen en las causas y consecuencias de la información presentada (Villamil, 1987).

Dentro de las investigaciones básicas, se han estudiado alimentos como jugos y purés de frutas, donde se concluye que el efecto de la temperatura sobre las viscosidades es más significativo en el caso de jugos que en purés de pulpas de frutas, debido a que en estos últimos la viscosidad depende básicamente de la concentración (Villamil, 1987).

Por otro lado, se ha trabajado con coloides hidrofílicos, donde la goma Guar es uno de los más ampliamente estudiados. Se conoce que la goma Guar, manejada en diferentes rangos de velocidad de corte, presenta comportamientos reológicos distintos (Villamil, 1987).

Los comentarios arriba mencionados enfatizan el hecho que, la reología es una herramienta importante para conocer procesos de flujo y propiedades funcionales. Además, esta información tiene que ser debidamente referida, esto es, citando las condiciones de formulación y experimentación, ya que la extrapolación de esta información a cualquier producto o emulsión conlleva muchos riesgos.

1.2.4 Ley de Newton

Se puede definir más fácilmente si se considera un fluido encerrado entre dos placas paralelas infinitas (muy largas y muy anchas). Suponer que la placa inferior se desplaza paralelamente a la superior a una velocidad constante, debido a la aplicación de una fuerza constante F esta relación recibe el nombre de la ley de Newton de la viscosidad (Geankoplis, 1999).

$$\tau = -\eta \frac{dv}{dy} = -\mu\gamma \quad (\text{Ec.I.1})$$

Donde μ , la viscosidad, es una constante que solo depende de la naturaleza del fluido y el estado termodinámico del mismo.

De la ecuación anterior se llega a la ecuación de Newton generalizada, dada por:

$$\eta(\gamma) = \tau/\dot{\gamma} \quad (\text{Ec.I.2})$$

Donde:

η = Viscosidad de cizalla

τ = Esfuerzo de cizalla

$\dot{\gamma}$ = Velocidad de cizalla

A los fluidos que siguen la ecuación anterior se les denomina fluidos Newtonianos (Geankoplis, 1999).

1.2.5 Tipos de fluidos

Los fluidos se subdividen en dos tipos considerando sus propiedades en flujo de cizalla simple y estado estacionario como ya se mencionó anteriormente.

- ♣ Fluidos Newtonianos
- ♣ Fluidos no-Newtonianos

1.2.5.1 Fluidos Newtonianos

Los fluidos que obedecen la ley de Newton de la viscosidad se llaman fluidos Newtonianos (véase Ec.I.1). En estos existe una relación lineal entre el esfuerzo de cizalla y el gradiente de viscosidad. Lo que significa que la viscosidad es constante e independiente de la velocidad de cizalla (Geankoplis, 1999).

I.2.5.2 Fluidos No-Newtonianos

Las propiedades de los fluidos no-Newtonianos pueden estudiarse considerándolos divididos en dos grupos: dependientes o independientes del tiempo. Los fluidos no-Newtonianos independientes del tiempo fluyen inmediatamente cuando se les aplica un pequeño esfuerzo cortante. A diferencia de los fluidos Newtonianos, la relación entre esfuerzo cortante y velocidad de cizalla no es lineal. Dentro de los fluidos no-Newtonianos independientes del tiempo se encuentran los fluidos pseudoplásticos y los dilatantes.

I.2.5.2.1 Fluidos No-Newtonianos independientes del tiempo

Existen diversos modelos que describen el comportamiento no-Newtoniano. Entre otros, uno de los más empleados en cálculos de ingeniería es la ley de la potencia. (Geankoplis, 1999).

La ley de la potencia esta definida por:

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (\text{Ec.I.3})$$

Donde:

n = índice de flujo

K = índice de consistencia = Viscosidad dinámica $[Ft/L^2]$

Si se iguala la ecuación I.2 (Newton generalizado) con la ecuación 3 (ley de la potencia) se llega a:

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad (\text{Ec.I.4})$$

La ecuación 1.4 permite caracterizar a los fluidos en Newtonianos y no-Newtonianos, mediante el valor del índice de flujo (Heldman, 1998):

Fluidos Newtonianos $n = 1$

Fluidos Pseudoplásticos $n < 1$

Fluidos Dilatantes $n > 1$

Fluidos Pseudoplásticos

También llamados líquidos con adelgazamiento de cizalladura. En este caso, la viscosidad decrece con el incremento de la velocidad de cizallamiento, por lo tanto, aumenta en forma no lineal con la tasa de corte (Heldman, 1998).

Los valores correspondientes de viscosidad, pueden ser calculados si el corte, factor de consistencia e índice de flujo son conocidos. El conocer la viscosidad del fluido es de gran importancia en la tecnología de la agitación.

Fluidos Dilatantes

Este comportamiento de flujo es aquel contrario al de pseudoplastico. Aunque es poco frecuente encontrar éste tipo de comportamiento, se requiere considerarlo seriamente y de manera especial para diseñar el agitador, ya que se debe considerar que el esfuerzo cortante se incrementa en forma no lineal con la tasa de corte (Rayneri, 2000).

Plásticos de Bingham

Plasticidad es un flujo anormal que ocurre frecuentemente a cortes pequeños. Se entiende que una sustancia plástica se comporta como un cuerpo sólido elástico a cortes pequeños. La sustancia empieza a fluir solamente a un corte mínimo $t=0$, éste corte se conoce generalmente como: límite de flujo.

Las sustancias plásticas por lo general se comportan como fluidos pseudoplásticos, los cuales han sobrepasado el límite de flujo. La clasificación se ilustra en la figura I.1.

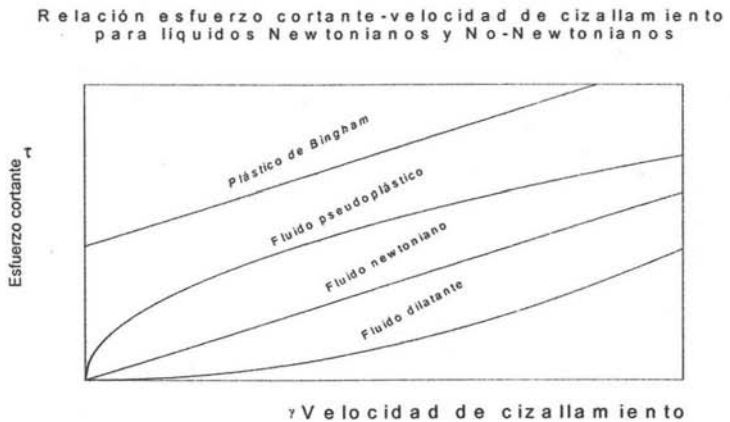


Figura No. I.1 Representación gráfica de fluidos No Newtonianos independientes del tiempo.

En la figura anterior se muestra en una gráfica de velocidad de cizallamiento (γ) vs. esfuerzo cortante (τ) el comportamiento de los fluidos no-Newtonianos independientes del tiempo. También se muestra el comportamiento Newtoniano.

I.2.5.2.2 Fluidos no-Newtonianos dependientes del tiempo

Dentro de los fluidos no-Newtonianos dependientes del tiempo tenemos: tixotropía y reopexia.

Tixotropía / Reopexia

Estos son dos fenómenos que son dependientes del tiempo, con materiales tixotrópicos la viscosidad decrece bajo el efecto del corte a lo largo del tiempo de agitación. En ausencia de una paliación de corte, el fluido se regenera y casi se aproxima a su viscosidad original (fenómeno de histerésis), el proceso inverso se conoce como Reopexia.

La tixotropía por lo general ocurre en conexión con la pseudoplasticidad y plasticidad. La causa para ésta anomalía de flujo es la deformación de estructuras multimoleculares entre moléculas vecinas.

Debido a fuerzas de atracción, ésta molécula es destruida por la paliación de corte y por lo tanto, la viscosidad se incrementa, después de cierto tiempo, el corte y las fuerzas moleculares alcanzan un equilibrio, por lo que se tiene una viscosidad aparente. Al eliminar el corte, las estructuras se reconstituyen parcialmente en la fase de regeneración.

Los fluidos de comportamiento que dependen del tiempo, son importantes durante el procedimiento de arranque del sistema de agitación, debido a que requieren de un torque (par) alto (Rayneri, 2000). Estos tipos de comportamiento se ilustran en la figura I.2

Relación esfuerzo cortante-velocidad de cizallamiento
para líquidos No-Newtonianos dependientes del
tiempo

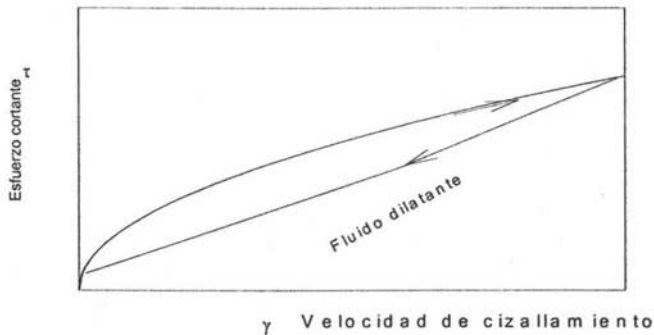


Figura No. I.2 Representación gráfica de fluidos No Newtonianos dependientes del tiempo: Tixotropía.

1.3 Procesos de Dispersión y Mezclado

1.3.1 Dispersión

Este término es utilizado para referirse al proceso de incorporación de un sólido a un medio líquido de modo tal que el producto final consiste en finas partículas distribuidas a través del medio (Ferriol, 1998).

1.3.1.1 Proceso

El proceso de dispersión de polvos en líquidos es utilizado en muchas industrias: pinturas, papel, tintas, textiles, adhesivos, farmacéutica, etc.

Todas estas industrias usan aditivos químicos para incrementar o acelerar el proceso de dispersión; este proceso es, esencialmente, un proceso mecánico usado para distribuir en forma homogénea las partículas del sólido en un medio y estabilizan el sistema contra la sedimentación (Ferriol, 1998).

Se considera que hay tres etapas en el proceso de dispersión:

- a. Mojado del polvo, que involucra el desplazamiento del aire que se encuentra en las superficies de las partículas polvos. En este proceso, la capa de aire es reemplazada por una capa monomolecular del medio: ligante (cuando la dispersión es hecha en el ligante) o por agua / dispersante (cuando se realiza una molienda).
- b. Ruptura de esos grumos, es la segunda etapa de la dispersión, donde las partículas de polvo ya mojadas, son rotas en pequeñas partículas, normalmente acompañadas de energía mecánica.
- c. Estabilización: cuando hay ausencia de fuerzas repulsivas, las partículas dispersas tienen la tendencia natural a reducirse, en número, debido a las fuerzas atractivas. La reducción en el número de partículas es denominada floculación.

Durante el acercamiento entre dos partículas, dispersadas, existen tanto fuerzas repulsivas como atractivas.

Las atractivas son:

- ◆ London - van der Waals: fuerzas intermoleculares resultantes de las interacciones de los dipolos de las partículas. Son las fuerzas atractivas dominantes en las dispersiones coloidales.
- ◆ Puentes poliméricos
- ◆ Puentes de hidrógeno
- ◆ Fuerzas atractivas electrostáticas o Coulombicas: asociadas a cargas opuestas en las superficies de las partículas.

Las fuerzas repulsivas son:

- ◆ Fuerzas de repulsión electrostática entre las partículas cargadas.
- ◆ Estabilización estérica.

1.3.1.2 Factores que afectan la eficiencia del dispersante

Hay algunos factores que influyen en el desempeño básico de los dispersantes:

1. Composición química.

Para maximizar la repulsión electrostática entre las partículas, es necesario incorporar una alta concentración de grupos iónicos. Estos son, normalmente aniónicos.

2. Peso molecular.

No solo el peso molecular promedio influye en la eficiencia de la dispersión sino también la polidispersabilidad del mismo, en cualquier rango de peso molecular.

I.3.2 Mezclado

El mezclado es una de las operaciones unitarias más comunes e importantes en la industria de procesos (Alimentos, Farmacéutica, Química, etc.). Las operaciones de mezclado en la industria alimentaria son de muchos tipos. Los mezcladores pueden clasificarse de acuerdo con las fases implicadas en el proceso. Dos son las definiciones corrientes de mezclado:

A) Una operación en la que se une, en el espacio, a dos o más componentes.

B) Una operación que tiende a suprimir la heterogeneidad de las propiedades (color, temperatura, composición, etc.) de los productos.

Generalmente, el proceso de mezclado y algunas operaciones químicas son llevadas a cabo en el dispositivo más simple e importante de la industria química: el tanque agitado. Su gran utilidad en la mayoría de las industrias se debe, en parte, a su versatilidad y economía, pues se encuentra disponible en una gran variedad de tamaños, equipado con diversos y variados diseños de impulsores, configuraciones de baffles o deflectores y distintas capacidades volumétricas.

Por lo regular, la agitación mecánica se refiere a forzar un fluido, por medios mecánicos, para que adquiera un movimiento en el interior de un recipiente. El mezclado implica partir de dos o más fases individuales, en muchos casos originalmente segregadas, tales como un fluido y un sólido pulverizado o

dos fluidos, y lograr que ambas fases se distribuyan al azar entre sí, pero que al final se encuentren de manera homogénea en todo el recipiente.

Los primeros estudios de esta operación se remontan a los años 50"s. Posteriormente, en la década de los 80"s se observa un incremento paulatino de publicaciones sobre la operación de mezclado, el cual continua, pero con mayor tendencia desde la última década (Brito 2000).

1.3.2.1 Importancia y problemática del proceso de dispersión y mezclado

La eficiencia de un proceso de mezclado depende de la eficiencia lograda en la utilización de la energía empleada para generar el flujo de los componentes. En el diseño de un mezclador, es esencial asegurar un 'input' de energía adecuado y un buen sistema mecánico, pero también lo es prestar la debida atención a la configuración del recipiente y a las propiedades físicas de los componentes.

El mezclado es una operación unitaria muy importante en muchos procesos. Prácticamente no existe transformación de materias primas sin mezclado. En consecuencia, ésta operación tiene enorme interés por los beneficios económicos que representa. A pesar de lo anterior, a sido una de las operaciones unitarias menos estudiadas. Lo anterior ha significado retrasos tecnológicos que causan severos daños económicos a la industria del proceso. En un foro Norte Americano de mezclado (parte del American Institute of Chemical Engineers, AIChE), científicos de universidades e industrias estimaron que, sólo en la industria química de ese país, las pérdidas asociadas a problemas de mezclado son del orden de 1 a 10 billones de U.S. dólares por año. (Tatterson y Calabrese, 1989). Aunque desafortunadamente no se tienen estudios de este tipo para nuestro país, podemos suponer que la situación no es diferente. De aquí la gran importancia de esta operación unitaria.

En las industrias químicas de procesos y en otras semejantes, muchas operaciones dependen en un alto grado de la agitación y mezclado eficaz de los fluidos; por lo que se deben tomar en cuenta algunos problemas que se presentan en esta operación unitaria (Geankoplis, 1998).

Los problemas típicos de mezclado son:

- Selección del equipo.
- Diseño del tanque e interiores.
- Evaluación de las cualidades.
- Control de la uniformidad.

1.3.2.2 Operaciones relacionadas con el mezclado

Existen varias operaciones relacionadas con el mezclado de fluidos, entre estas se pueden citar:

- Mezclado por lotes
- Cristalización
- Dispersión de aglomerados
- Emulsificación
- Extracción
- Agitación de líquidos
- Dispersión gas-líquido
- Transferencia de calor
- Dispersión líquido-líquido
- Transferencia de masa
- Promoción de reacciones
- Disolución de sólidos
- Suspensión de sólidos

Sin duda, un actor principal en todas las operaciones de agitación y mezclado es el agitador o impulsor. Un agitador es un equipo destinado a transferir movimiento al contenido de un tanque, con el objetivo de mezclar e integrar perfectamente los componentes de un producto, en el menor tiempo posible para lograr una mezcla homogénea y estable por un periodo de largo tiempo (Rayneri, 2000).

Los agitadores o impulsores se pueden clasificar de la siguiente forma:

1) De palas. Consiste en una hoja plana sujeta a un eje rotatorio, normalmente el eje se sitúa en el centro del tanque y gira a velocidades de 20-150 r.p.m. El flujo del líquido tiene una componente radial grande en el plano de la pala y también una gran componente rotacional. Los agitadores de paleta se usan para procesos de características intermedias como el equipo que se menciona (Brennan, 1998).

2) De turbina. Están constituidos por un componente impulsor con más de cuatro hojas, montadas sobre el mismo elemento y fijas en eje rotatorio, miden del 30 al 40 % del diámetro del tanque y giran a velocidades de 30-500 r.p.m. El eje suele estar montado en el centro del tanque. El agitador de turbinas de hojas rectas sencillas, produce fuertes corrientes radiales y rotatorias.

3) De hélice. Poseen elementos impulsores de hojas cortas, giran a gran velocidad (de 500 a varios millares de r.p.m.). las corrientes que generan son principalmente longitudinales y rotatorias y son muy persistentes, por lo que estos agitadores, relativamente pequeños, son efectivos en tanques bastante grandes, si se están utilizando para mezclar líquidos poco viscosos (Brennan, 1998).

1.3.3 Caracterización hidrodinámica

A continuación se mencionan algunos conceptos que se involucran directamente con el mezclado, y algunas herramientas que permiten el estudio del comportamiento de los fluidos en los tanques agitados.

El objetivo de los siguientes puntos es procurar un mejor entendimiento del proceso de mezclado. En la figura 1.3 se muestran los macro parámetros de mezclado que permiten una clara caracterización hidrodinámica de tanques agitados.

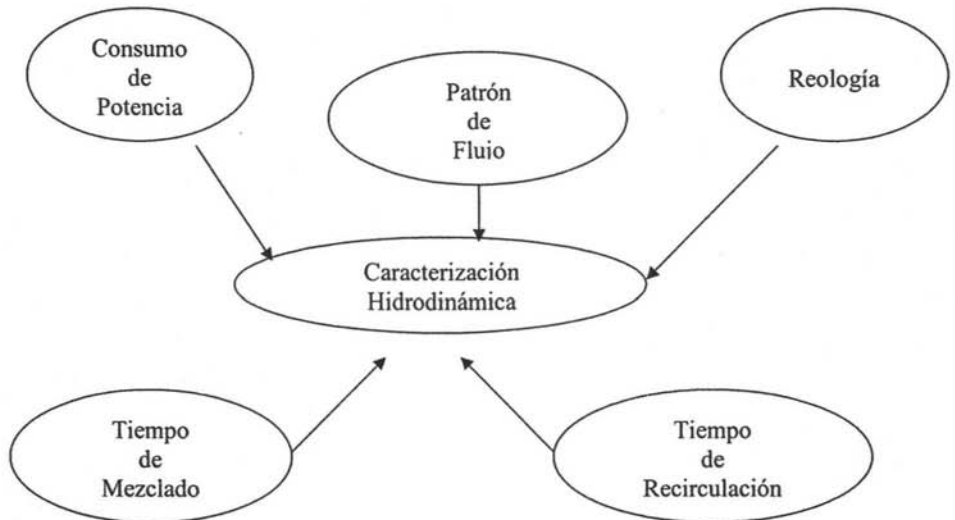


Figura No. 1.3 Caracterización hidrodinámica de los fluidos en tanques agitados (Heldman, 1998).

1.4 Homogenización

La homogenización tiene como objetivo la creación de área interfacial (dispersión) mediante la reducción del tamaño de partículas o gotas, de forma que las fases, distribuidas homogéneamente o irregularmente de un líquido,

pasan a estar en un grado de distribución más elevado, estabilizándose así el estado de dispersión (Lewis, 1993).

En la industria Láctea se utiliza la homogenización esencialmente para reducir el tamaño de los glóbulos grasos, consiguiendo que todos tengan un diámetro uniforme. El proceso de homogenización provoca efectos deseados e indeseados.

Los efectos positivos son:

- A) El aumento de la superficie total de los glóbulos grasos, que impide, o al menos retrasa notablemente, la formación de nata e incrementa la capacidad de refracción de la luz de la leche
- B) Mejora el sabor
- C) Mejora la digestibilidad de la leche
- D) Un aumento en la viscosidad de la leche y de su estabilidad

Los fenómenos negativos son:

- ✓ La leche se hace más sensible a la acción de la luz solar, lo que puede provocar la aparición de defectos de sabor (rancio, jabonoso o sabor a oxidación).
- ✓ Se incrementa la superficie de ataque frente a la contaminación microbiana.
- ✓ Se reduce la estabilidad frente al calor de las proteínas (cuando se va a exponer la leche a altas temperaturas).

Aunque estos fenómenos han sido estudiados en leche, es posible extenderlos con moderado riesgo a otros compuestos lácteos, que se formulan basándose en el modelo de la leche (Spreer, 1991). La homogenización persigue diferentes propósitos en función del producto que se trate; en leches preparadas

trata de conseguir una distribución uniforme de la grasa y de las sustancias añadidas.

La reducción del diámetro de los glóbulos grasos provoca un aumento de la superficie total de los glóbulos grasos ya que la superficie S es inversamente proporcional al diámetro D . Entonces, la siguiente relación se cumple:

$$S_1 / S_2 = D_1 / D_2$$

Donde:

S_1 = Superficie aumentada; S_2 = Superficie inicial

D_1 = Diámetro inicial; D_2 = Diámetro Reducido

Al incrementarse unas 1000 veces el número de glóbulos grasos, se incrementa en 8-10 veces la superficie total. Este aumento de la superficie impide la formación de la nata debido a que se igualan las fuerzas de gravedad y de empuje. Las envolturas de los glóbulos grasos, lógicamente, se rompen en el proceso de reducción de tamaño. Sin embargo, la rapidez con que se desarrolla el proceso de homogenización y las elevadas fuerzas de tensión superficial entre las partículas y la fase acuosa hacen que inmediatamente se formen nuevas membranas (envolturas de repuesto) alrededor de las partículas reducidas de tamaño (Spreer, 1991).

1.4.1 Homogenizadores de alta cizalla

Los agitadores de alta cizalla pueden dividirse en las siguientes categorías: homogenizadores, 'pipeline mixers', molinos coloidales y otras divisiones especiales. Cada uno de estos tiene un uso específico. La viscosidad sin duda es una variable a considerar en la selección de un homogenizador de alta cizalla.

Al hablar de baja viscosidad se hace referencia al rango de 1-1000 MPas y alta viscosidad del orden de 10^4 MPas. Por otro lado, el volumen de trabajo para un agitador de alta cizalla es típicamente mucho menor que para agitadores de baja cizalla. Este volumen depende tanto de la viscosidad absoluta del fluido procesado, como de las características de cizallamiento. El límite superior para homogenizadores de alta cizalla es aproximadamente de 15 m^3 , mientras que para agitadores de baja cizalla puede ser de 1000 m^3 o mayor (Spreer, 1991).

Para mezclar sustancias de viscosidad relativamente pequeña, se utilizan agitadores que tienen un elemento impulsor de disco o de cono. Existe una gran variedad de diseños, para usos especiales. En general, estos dispositivos de flujo someten al producto a grandes esfuerzos de cizalla, al forzar su paso a través de ranuras. Los agitadores de alta cizalla son recomendados para premezclar emulsiones (etapa conocida también como pre-emulsión) y dispersiones líquido-líquido y sólido-líquido (Brennan, 1998).

I.4.1.1 Homogenizadores Tipo Rotor-Estator (RS)

El Rotor-Estator consta de una parte fija (estator) dentro de la cual se encuentra una turbina de movimiento (rotor). Estos dispositivos existen con diferentes geometrías, esto es, la forma de la turbina o rotor, la inclinación de sus aspas, el número de estas, etc. Estas diferencias influyen en las curvas de potencia y por tanto en el consumo de potencia requerido (Brennan, 1998).

En la figura I.4 Se puede apreciar las diferencias significativas que existen entre los rotores, al igual que entre los estatores.

Rotores.- Es evidente la diferencia existente en el número de aspas, la separación de estas, así como el ángulo formado entre ellas por mencionar algunas diferencias.

Estatore.- Se puede observar diferencia en su forma, el número de aberturas, la inclinación y forma de estas, etc.

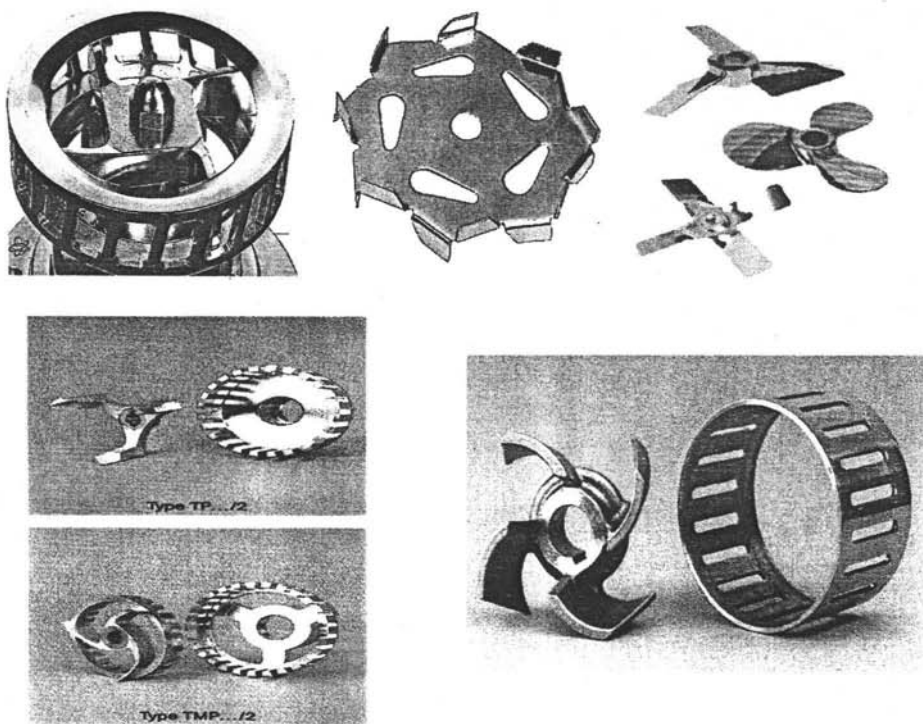


Figura No. I.4 Geometrías diversas de rotores-estatores. (Brito, 2000).

El tiempo de residencia en la región de cizallamiento del rotor-estator es generalmente corto, del orden de un segundo o menos. Sin embargo, para procesos batch el material circulara varias veces a través de ésta región

(Myers, 1999). Con el cabezal del rotor-estator inmerso en el fluido, el sistema genera no solo mezclado de alta cizalla, sino que también promueve el movimiento del fluido a través de todo el tanque. Así, estas máquinas pueden mezclar volúmenes de lotes relativamente grandes sin la necesidad de agitadores adicionales o bombas que muevan el material hacia la cabeza del sistema. No es el caso cuando se tienen fluidos de reología compleja (Muller, 1982).

Al promover flujo a través de la zona de alta cizalla, se reducen las temperaturas extremas durante la agitación. Con esto se puede evitar el deterioro de materiales sensibles a la temperatura.

Aunque su uso original fue en procesos batch, estos dispositivos de dispersión pueden ser lo suficientemente flexibles para ser utilizados en la formulación de numerosos productos. Hoy en día existen muchas configuraciones de rotores-estatores continuos o para operar por lotes (Myers, 1999).

Una ventaja que presentan los rotores-estatores es la reversibilidad, esto es, que pueden girar hacia la derecha o hacia la izquierda. Con esto se van a obtener diferentes patrones de flujo asociados a la dirección del giro (Myers, 1999). La reversibilidad y los patrones de flujo asociados a ésta, son ilustrados en la figura 1.5.

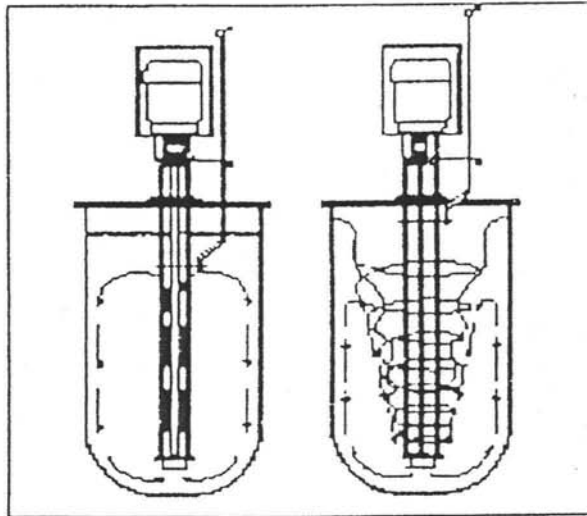


Figura No. I.5 Reversibilidad y patrones de flujo (Myers, 1999).

En el bombeo hacia arriba (ubicada a la izquierda de la figura I.5) el rotor-estator es capaz de recoger el material del fondo del tanque, como son sólidos asentados o líquidos de alta densidad que no estén incorporados aún. Así mismo, el bombeo hacia abajo (ubicado a la derecha de la figura I.5) es útil para incorporar material que se encuentre flotando.

Muchos de los problemas de mezclado pueden ser solucionados utilizando un rotor-estator de velocidad variable.

I.4.1.1.1 Características de operación

Las etapas de la operación de los rotores-estatores (R-S), se mencionan e ilustran a continuación (Nava, 1996).

Etapa 1: La rotación a alta velocidad de las aspas del rotor dentro del estator ejerce una succión potente, aspirando materiales líquidos y sólidos desde el fondo del tanque hasta el centro del estator (figura I.6).

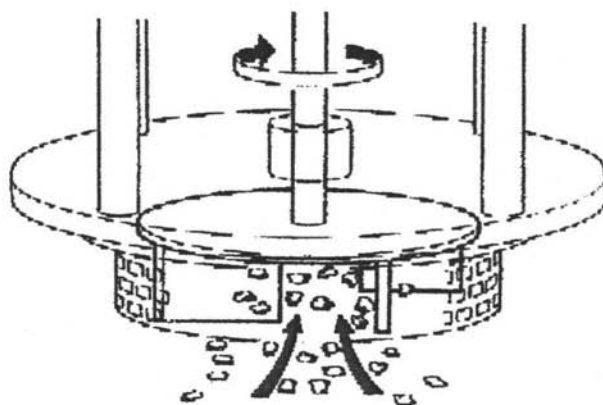


Figura No. I.6 Primera etapa de rotación de R-S

Etapa 2: La fuerza centrífuga lleva los materiales hacia la periferia del estator donde son sometidos a un alto corte mediante el entre hierro [espacio entre rotor-estator] (figura I.7).

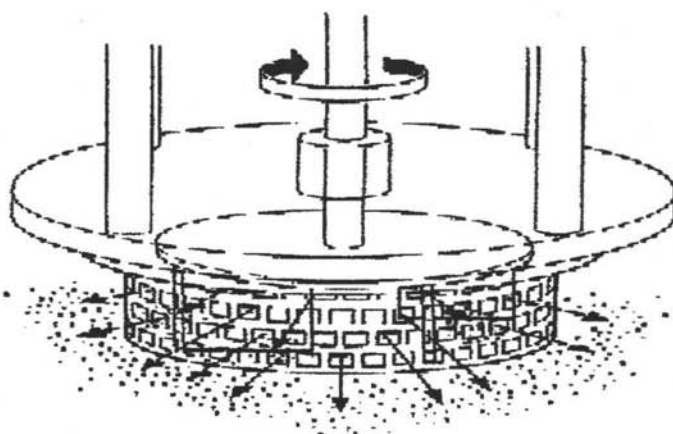


Figura No. I.7 Segunda etapa de rotación de R-S

Etapa 3: A esto le sigue un intenso corte hidráulico cuando los materiales son forzados, a alta velocidad, a atravesar las perforaciones del estator y circular dentro del seno de la mezcla (figura I.8).

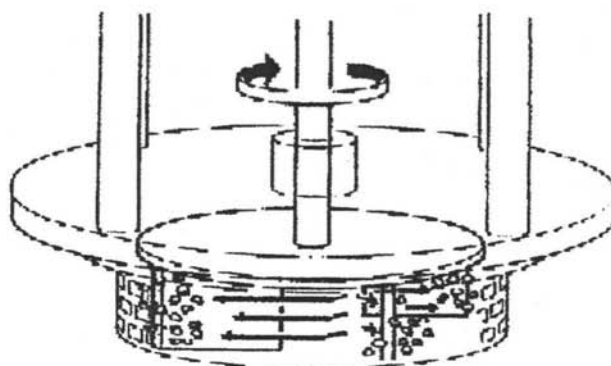


Figura No. I.8 Tercera etapa de rotación de R-S

Etapa 4: El material expulsado de la cabeza es proyectado radialmente a altas velocidades hacia las partes laterales del tanque. Al mismo tiempo material nuevo es continuamente aspirado dentro de la cabeza manteniendo así el ciclo de mezcla. El efecto de expulsión horizontal (radial) y succión dentro de la cabeza es para lograr un patrón de circulación de mezcla debajo de la superficie (figura I.9).

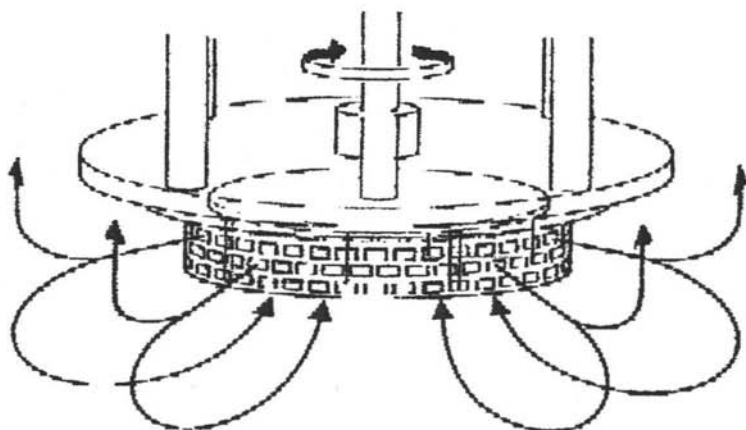


Figura No. I.9 Cuarta etapa de rotación de R-S

I.4.1.1.2 Aplicaciones de los Rotores-Estatores

Algunos ejemplos de aplicaciones de los rotores estatores son:

- Dispersión
- Mezclado
- Emulsificación
- Disolución
- Homogenización
- Rompimiento de aglomeraciones de partículas sólidas.

Como se ha mencionado previamente, los agitadores de alta cizalla tipo rotor-estator, no son la solución a todos los problemas, pero si son de gran utilidad por sus múltiples beneficios y aplicaciones. Sin embargo, poca información esta disponible en cuanto a curvas de potencia (NRe vs. Np) a pesar de ser muy empleados en diversos procesos.

I.4.2 Homogenizadores de presión

Se utilizan para la reducción del tamaño de las gotas de la fase interna. Estos equipos operan haciendo pasar la emulsión bruta, a gran velocidad, a través de una ranura estrecha. (Brennan, 1998). Los homogenizadores en un principio fueron desarrollados para la estabilización de las emulsiones del sector lácteo, pero actualmente tienen empleo en la estabilidad de un gran número de productos alimenticios, y de otras áreas como la industria farmacéutica, con el único fin de aumentar su vida útil dentro del mercado (Dickinson, 2001).

En la figura I.10 se describen las partes que componen un homogenizador de presión y en el apartado siguiente se mencionan las características de operación.

I.4.2.1 Composición y características de operación

Un homogenizador de presión está compuesto esencialmente por una válvula de homogenización y una bomba de alta presión. La válvula proporciona una apertura ajustable, del orden de 15-20 μm , a través de la que se bombea la emulsión. Al entrar en la ranura, los líquidos experimentan una gran aceleración, (se alcanzan velocidades de 50-200 m/s). Las gotas de la fase interna, se cizallan unas con otras, deformándose y rompiéndose. En muchas válvulas, cuando el líquido sale de la ranura, choca con una superficie dura, perpendicular a la dirección del flujo, lo que rompe aún más las gotas inestables de la fase interna. Es probable que también contribuya a la reducción del tamaño de la gota del descenso súbito de la presión, producido al salir el líquido de la ranura, y el colapso de las gotas, debido a la cavitación (Brennan, 1998).

Para obtener resultados eficientes, es conveniente una velocidad de alimentación constante. El sistema que se usa más frecuente es el de una bomba de émbolo, de cilindro múltiple, con tres, cinco o siete cilindros con funcionamiento secuencial de los pistones. En estos sistemas, la velocidad

oscila en aproximadamente un 20%, oscilación que aún se puede reducir utilizando émbolos cortos a gran velocidad.

Algunas veces es necesario utilizar la homogenización en dos etapas, ya que en algunos productos como lácteos, aderezos de ensaladas y otras emulsiones, las proteínas actúan como agentes emulsionantes, las pequeñas gotas formadas después de pasar por la válvula homogenizadora a gran presión tienden a agregarse, formando aglomerados. Se cree que este fenómeno se debe a una pobre distribución del agente emulsionante sobre las superficies acabadas de crear, y a que los glóbulos de grasa se aglomeran y rodean de películas sólidas de agente emulsionante. Para resolver este problema se hace pasar el producto a través de una segunda válvula homogenizadora a baja presión, con lo que los agregados se rompen (Italia, Homogenizer, 2002).

Esta tecnología permite la producción de emulsiones más finas, debido al efecto de modificación sobre los glóbulos de los lípidos y de los componentes de los alimentos. De igual manera este proceso puede afectar la desnaturalización de proteínas o del polisacárido, la agregación y la formación de micro partículas, además de que puede ser aplicada a la formación de complejos entre las proteínas y los polisacáridos (Dickinson, 2001).

La alimentación del homogenizador suele ser una emulsión bruta premezclada. Normalmente, las gotas son de un tamaño del orden de 0.1-0.2 μm , aunque pueden ser de solo 0.02 μm , dependiendo de las condiciones de operación y la formulación (Brennan, 1998).

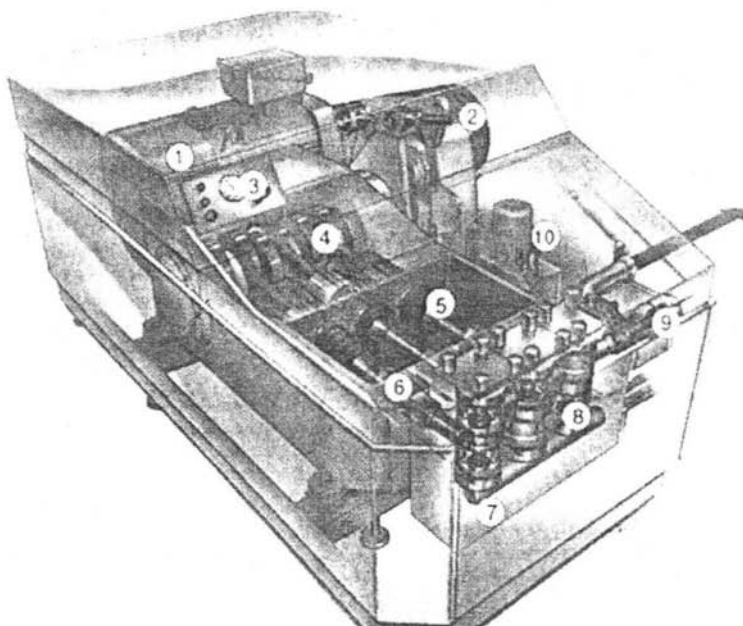


Figura No. I.10 Homogenizador de alta presión. Puede ser considerado como una bomba de alta presión, con un dispositivo de presión (Lund, 1996).

- | | |
|--------------------------------|----------------------------------|
| 1 Conducto principal del motor | 6 Recambio del sello de pistón |
| 2 Transmisión de cinta-V | 7 Bomba de acero para limpieza |
| 3 Indicador de presión | 8 Válvulas |
| 4 Cáster | 9 Dispositivo de homogenización |
| 5 Pistón | 10 Sistema hidráulico de presión |

I.4.2.2 Aplicaciones

Los homogenizadores de presión se usan mucho en la industria alimentaria, para la homogenización de la leche, de las natas de bajo contenido en grasa, de la leche evaporada y de la leche esterilizada. También los aderezos para ensaladas se someten, con frecuencia a homogenización a alta

presión, al igual que las cremas artificiales, la leche reconstituida, los productos cremosos, las sopas de crema, algunas salsas y muchos otros productos alimenticios (Brennan, 1998).

I.4.3 Estudios con relación al empleo de equipos de homogenización

Estudios realizados sobre la homogenización de leche y productos lácteos, describen los efectos que se producen en el tamaño de los glóbulos grasos de la leche al emplear 1 y 2 etapas de homogenización mientras se observan bajo la luz del microscopio (Douglas, 1995). En la Tabla I.1 se resumen los resultados más sobresalientes sobre estos trabajos.

Tabla I.1 Efectos en glóbulos grasos de la leche tras dos etapas de homogenización (Douglas, 1995).

PARÁMETRO	SIN HOMOGENIZACION	HOMOGENIZACIÓN C/ 1 ETAPA	HOMOGENIZACIÓN C/ 2 ETAPAS
DIÁMETRO(μm)	2.0	0.5	0.5
RANGO(μm)	1-10	0.2-2	0.2-2
AREA SUPERF. (m^2 / ml leche)	0.08	0.75	0.75
# GLÓBULOS (μm^3)	0.02	12	12
GRUPOS DE GLÓBULOS	Sin grupos, pero muy grandes	Formación de muchos grupos	Sin grupos y muy pequeños

Estos resultados sugieren que la homogenización produce cambios en los glóbulos grasos de la leche, provocando un decrecimiento en el diámetro promedio, un aumento en el número y área superficial de los glóbulos (partículas), además de que al emplear dos etapas se obtienen glóbulos más uniformes y separados, al contrario del uso de una sola etapa donde aparecen en grupos o en racimos (Douglas, 1995).

Algunos autores (Potter, 1994) han tratado de relacionar el incremento del área superficial con una disminución del tamaño del glóbulo al trabajar con leche, en donde el número de estos glóbulos aumenta dentro de una área superficial determinada, debido a que en el interior de esta área podrá haber un mayor reacondicionamiento de glóbulos con un menor diámetro (Potter, 1994).

Finalmente el estudio más cercano a una comparación de procesos hidrodinámicos, fue realizado en el año 2000, donde investigadores (E. Linares, 2001) trabajaron con hidrolizados de gluten en dos equipos de formación de emulsiones:

- Turbo-Mixer (mezclador de turbinas)
- Valve Homogeniser (homogenizador de válvula)

Este trabajo constó de llevar una emulsión a través de un equipo Turbo-Mixer a 20,000 rpm durante 30 minutos, y a través de un equipo Valve-Homogeniser a 5 MPa durante 3 minutos. Los autores dedujeron que el equipo Valve-Homogeniser es superior al Turbo-Mixer, ya que el primero presenta mayor resistencia a la coalescencia (la emulsión formada con Turbo-Mixer es inestable comparada con la que se formó con Valve-Homogeniser), además de que existe un decrecimiento en el tamaño de distribución de gota, una mayor estabilidad de gota y un aumento en el área superficial específica (E. Linares, 2001).

Al finalizar esta sección de revisión de literatura vemos que no encontramos información publicada acerca de nuestro estudio (aspectos hidrodinámicos en emulsiones lácteas), que nos guíe a la elección eficaz de un proceso de formación y estabilidad de una emulsión tipo Láctea, de ahí la importancia de este trabajo.

Solamente se han realizado algunos estudios que nos permiten tener parámetros de relevancia para calificar las propiedades de estabilidad de este tipo de emulsiones (Delgado, 2003). En algunos casos como los descritos por E, Linares y Potter se han empleado estas dos tecnologías pero para hidrolizados de gluten y glóbulos de leche, siendo estos de poca relevancia para nuestro estudio por las diferencias estructurales de nuestra emulsión.

Por otro lado el auge de este tipo de productos reconstituidos dentro de la industria de los alimentos ha crecido, por lo que el presente estudio de ser incorporado al sector industrial podría ser de gran beneficio, ya que sería un soporte en cuanto al aseguramiento de la estabilidad de estos productos, y por consecuencia al beneficio del sector financiero.

CAPITULO II

HIPOTESIS, PROBLEMA DE ESTUDIO Y OBJETIVOS

CARACTERÍSTICAS DE NUESTRO ESTUDIO

II.1 Hipótesis

Con homogenizadores de alta cizalla, tipo rotor-estator, es posible producir emulsiones estables, pero con tamaños de gotas mas grandes que las producidas con homogenizadores de alta presión. En el caso de rotores-estatores, para disminuir el diámetro de gotas, es necesario incrementar la densidad energética y consecuentemente el costo del proceso. Sin embargo, la combinación rotor-estator y bajas presiones puede producir emulsiones con un menor costo energético y con una distribución de tamaño de gotas que garanticen una alta estabilidad.

II.2 Problema de estudio

Comparación de diferentes tecnologías de formación de emulsiones lácteas, con el propósito de evaluar su eficiencia, relacionada con la estabilidad. Se estudia el impacto sobre la estabilidad, que tienen las diferentes variables de operación, de cada una de las tecnologías empleadas (rotor-estator y alta presión).

II.3 Objetivos

II.3.1 General:

Estudiar el efecto de diferentes condiciones hidrodinámicas en la formación y estabilidad de emulsiones lácteas -tipo leche reconstituida- al emplear dos tecnologías diferentes, para avanzar en el conocimiento tecnológico de la formación de emulsiones. La estabilidad es estudiada a través de vida de anaquel acelerada, siguiendo la evolución de propiedades reológicas, distribución de tamaño de gotas, microscopia y cremado.

II.3.2 Particulares:

- ✓ Estudiar el efecto producido por la velocidad de agitación, de un homogenizador tipo rotor-estator de alta cizalla, sobre las propiedades reológicas y de estabilidad de las emulsiones formadas.

- ✓ Evaluar el efecto causado por variaciones de presión en un homogenizador de pistón, sobre las propiedades reológicas y de estabilidad de la emulsión formada.

- ✓ Estudiar los efectos producidos sobre las propiedades reológicas y de estabilidad de la emulsión formada, al emplear una combinación de dos equipos de homogenización; rotor-estator de alta cizalla y pistones de alta presión.

CAPITULO III

DESARROLLO DEL ESTUDIO

DESARROLLO DEL ESTUDIO

III.1 Descripción experimental

Antes de iniciar el desarrollo experimental, cabe señalar que este estudio tiene como objetivo estudiar el efecto de 3 diferentes tecnologías (homogenizador de pistón, rotor estator y combinación de ambos) sobre la formación de emulsiones lácteas tipo leche reconstituida, por lo que el desarrollo de este estudio se enfocará principalmente a la formación de estas emulsiones y a su análisis durante la vida de anaquel planteada.

Los siguientes 6 puntos describen en forma sencilla el desarrollo del estudio. Una explicación más detallada se presenta en los párrafos escritos después de estos.

- 1) Distribución o dispersión de cada uno de los componentes que van a formar la emulsión, tomando en cuenta que las condiciones (velocidad, temperatura y tiempo de dispersión) durante la dispersión, sean semejantes para cada uno de los procesos de estudio.
- 2) Formación de emulsiones a partir de cada uno de los equipos de homogenización, por separado o en combinación. Estudio del efecto de las variables en cada proceso (velocidad y presión).
- 3) Obtención de las emulsiones formadas por cada uno de los procesos empleados.
- 4) Estudio de vida de anaquel bajo condiciones aceleradas de temperatura (40°C / 105 días).
- 5) Análisis de las emulsiones durante la vida de anaquel (cada 15 días), partiendo de un estado inicial (tiempo cero). El análisis consistió en la determinación de los siguientes parámetros: viscosidad, cremado, pH, densidad, vitamina C, microscopía y distribución de tamaño de gotas.

6) Recopilación y análisis de los resultados obtenidos en cada uno de los parámetros anteriores.

Para iniciar nuestro desarrollo, primero adquirimos todos los ingredientes y los equipos con que se formarían las emulsiones de estudio; ya teniendo estos, realizamos la preparación y formación de nuestras emulsiones a través de las diferentes tecnologías de homogenización con sus diferentes variaciones hidrodinámicas, las cuales fueron:

- Para rotor estator; 1000, 2000, y 3000 rpm durante 20 minutos.
- Para homogenizador de pistón; 150, 250 y 350 bar.
- Para la combinación de ambos; 150, 250 y 350 bar, incorporando en cada una de ellas una prehomogenización a 3000 rpm por 3 minutos.

Además, en cada proceso se empleó un estabilizante para observar su efecto dentro de las emulsiones formadas.

Estas variaciones hidrodinámicas, se establecieron tomando en consideración que para este tipo de emulsiones ya se tienen parámetros de formación a nivel industrial por parte de la tecnología de hidrocizalla (Delgado, 2003), y las condiciones hidrodinámicas establecidas para la tecnología de alta presión se establecieron partiendo de estudios de homogenización realizados por investigadores a productos similares a la complejidad de nuestra emulsión (Linares, 2001). Para la preparación cabe señalar que primero se dispersaron los ingredientes en la fase acuosa a 40 °C, y el emulsionante en la fase oleosa a 70 °C, siendo las temperaturas de cada fase 70 y 75 °C respectivamente (Esta temperatura es alta para favorecer la dispersión de todos los ingredientes en cada fase).

Después se efectuó el proceso de homogenización (ya mencionado) y finalmente la emulsión se esterilizó en lata metálica de 236 ml. (Similar a la presentación comercial) a 121 °C por 15 minutos.

Terminada la esterilización, obtuvimos nuestras muestras de estudio, las cuales se llevaron a una vida de anaquel de 105 días a 40 °C. Esta vida de anaquel, se estructuró en base a que 90 días a 40°C equivalen a 18 meses de la vida real del producto a temperatura ambiente (Delgado, 2003) (vida de anaquel que tiene este producto dentro del mercado), por lo que solo alargamos 15 días más el estudio, para obtener un soporte del tiempo de estabilidad sobre el ya establecido.

Durante la vida de anaquel se realizaron pruebas de análisis cada 15 días los cuales se estructuraron de la siguiente manera:

- Pruebas que tiene como propósito llevar un monitoreo de vida de anaquel, y detectar la inestabilidad de la emulsión por la presencia de un factor externo.
 1. pH; presencia de actividad microbiana.
 2. vitamina C; control del tratamiento térmico en la vida de anaquel.
 3. densidad; composición de cada emulsión

- Pruebas que tiene como propósito dar información directa sobre la estabilidad de la emulsión.
 1. viscosidad
 2. cremado
 3. distribución de tamaño de partícula
 4. microscopía
 5. observación visual

Finalmente, ya terminado el estudio recopilamos datos y se analizaron los resultados a través de gráficos y figuras.

III.2 Composición y preparación de la emulsión

III.2.1 Composición

Se trabajó con una formulación modelo, tomando a la leche para este fin, pero siguiendo las definiciones de una emulsión polimérica definida en el Cuadro Básico de Medicamentos del Sector Salud (Diario Oficial de la Federación 21 de julio de 1997). Fórmula nutricionalmente completa en la que los tres nutrientes básicos (proteínas, hidratos de carbono y grasas) se encuentran en forma compleja, es decir, en forma de polímeros o macromoléculas.

Los parámetros fisicoquímicos estudiados se seleccionaron en base a la composición global de la formulación (Tabla III.1), y a la influencia de los ingredientes más relevantes para la estabilidad de la emulsión en las condiciones de almacenamiento, estos son:

- Caseinato de calcio. Por intervenir en el fenómeno de envejecimiento o gelación de la leche (Harwalkar, 1982).
- Aceite de Maíz. Por ser el componente de la fase oleosa en la emulsión de estudio, y por la posible desestabilización de la emulsión durante las condiciones de almacenamiento empleadas.
- Vitamina C (ácido ascórbico). Por ser objeto de la oxidación y la degradación térmica. Su pérdida se usa como índice de la pérdida de calidad global de los alimentos. Además de contar con especificaciones legales (Diario Oficial de la Federación 21 de julio de 1997), que norman la concentración de este nutrimento en este tipo de productos.

La composición genérica de la formulación modelo fue:

INGREDIENTE	% (W/W)
Agua desionizada	72.32
Maltodextrina	16.0
Caseinato de Calcio	3.9
Azúcar glass	2.0
Aceite de Maíz	4.06
Mezcla Vitaminas/Minerales	1.0
Lecitina de soya	0.4
Sabor Artificial	0.3
Citrato de sodio	0.02

*Más un hidrocoloide (Carrageninas) en determinadas pruebas

Tabla III.1 Formulación de estudio

III.2.2 Proceso de preparación

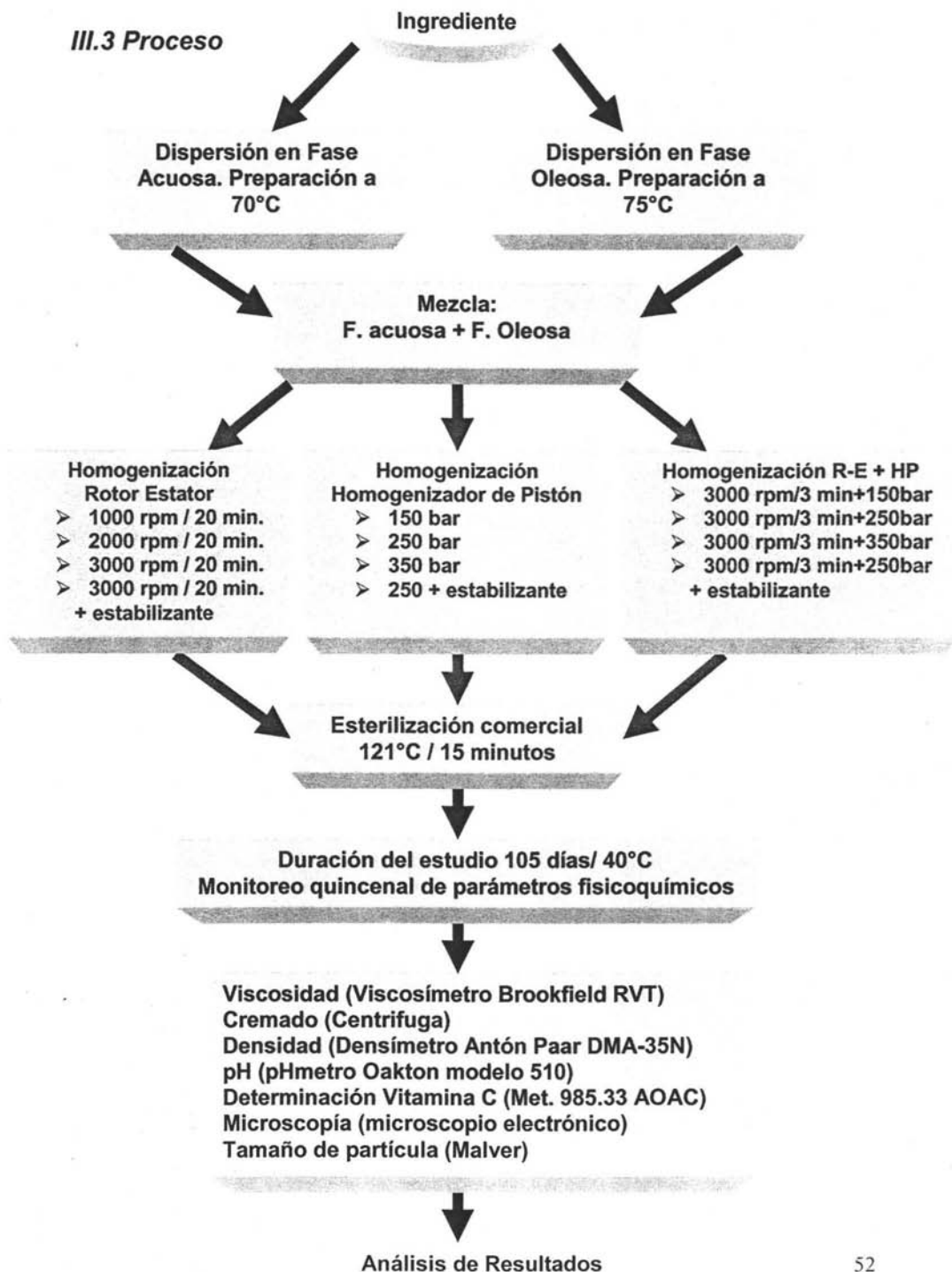
III.2.2.1 Pesado

El pesado se realiza tomando en consideración que al agregar el conjunto de ingredientes al agua para la formación de la fase acuosa, los menos solubles y de difícil incorporación (Caseinato de Calcio) sean los primeros en entrar en contacto con el agua para aprovechar al máximo el medio de dispersión, por otro lado los más solubles y de fácil incorporación (Maltodextrina y Azúcar Glass) sean los últimos en tener contacto con el medio dispersante, quedando en medio de estos los microcomponentes (Mezcla de vitaminas y minerales y Citrato de Sodio), todo esto es con el propósito de asegurar una completa distribución de los componentes de la fase acuosa.

La lecitina de soya (emulsificante) se pesa y se prepara dentro de la fase oleosa con el aceite.

Finalmente el sabor artificial es agregado durante la etapa de la prehomogenización (según la técnica empleada).

III.3 Proceso



III.4 Parámetros de análisis

Los análisis realizados a las emulsiones elaboradas son los siguientes:

- 1) Densidad (g/ml)
- 2) pH
- 3) Vitamina C
- 4) Cremado (%)
- 5) Viscosidad (Cp)
- 6) Observación visual
- 7) Microscopia
- 8) Tamaño de partícula

CAPITULO IV

RESULTADOS y DISCUSIÓN

IV. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

Antes de proceder a la presentación y análisis de los resultados, cabe mencionar que, para la emulsión modelo que se empleo, **no existen especificaciones relacionadas con sus propiedades funcionales o parámetros físico-químicos precisos**. Si bien existe una descripción general de una formulación genérica, similar en composición de macro-nutrientes a la estudiada aquí, sus parámetros físico-químicos no están definidos (Diario Oficial de la Federación 21 de julio de 1997). Es preciso recordarle al lector que, **el fin de este estudio es determinar el impacto que tienen dos hidrodinámicas diferentes (dos tecnologías diferentes) en la formación y estabilidad de una emulsión dada**.

Las especificaciones para la concentración de Vitamina C son una excepción a lo que se menciona en el párrafo anterior, ya que para este caso, si están descritos los límites inferiores y superiores de este principio activo.

Como consecuencia de lo expuesto en los párrafos precedentes, se emplearon datos de la literatura reportados para productos 'cercaños' al estudiado (productos lácteos concentrados y evaporados), para efecto de comparar las mediciones realizadas.

Cabe señalar que de las pruebas realizadas, algunas de ellas tienen el principal propósito de llevar un "eficaz monitoreo de la vida de anaquel y detectar si se produce deterioro de la emulsión por la presencia de algún factor externo (pH, vitamina C y densidad)".

En el caso de la determinación de pH, esta prueba tiene como objetivo detectar la presencia de actividad microbiana dentro de la emulsión, además de posible hidrólisis de proteínas durante la vida de anaquel. Por otro lado, el seguimiento de la cinética de degradación de la Vitamina C, permite hacer estimaciones sobre los efectos del proceso de fabricación, en particular, el del tratamiento

térmico en la estabilidad (química) de la emulsión. Finalmente, la determinación de densidad, así como de las propiedades reológicas, tiene como propósito evaluar probables fenómenos de agregación y segregación.

En resumen, "las siguientes pruebas proporcionan información directa sobre la estabilidad de la emulsión":

- ✓ **Propiedades viscosas:** si cambian durante la vida de anaquel, son una clara señal de inestabilidad de la emulsión. Fenómenos de agregación y/o formación de geles por envejecimiento, pueden ser detectados por cambios reológicos en la emulsión.
- ✓ **Distribución de tamaño de gota (DTG o DSD):** proporciona información sobre fenómenos de coalescencia, agregación y sedimentación, todos ellos relacionados con inestabilidad.
- ✓ **Cremado en condiciones de centrifugación:** estimación acelerada de la estabilidad.
- ✓ **Microscopia:** observación visual de fenómenos de agregación, aglomeración, precipitación y calidad de la homogenización.

En los párrafos siguientes se presentan y discuten los resultados mas sobresalientes de estas pruebas, en vida de anaquel (105 días / 40 °C), llevadas a cabo a todas las muestras preparadas bajo diferentes condiciones hidrodinámicas, de acuerdo al diseño experimental descrito en el Capítulo de Materiales y Métodos.

IV.1 Resultados y discusión sobre la densidad

En la Figura IV.1 se muestran los resultados de la evolución de la densidad durante la vida de anaquel. Como los datos sugieren, prácticamente

no existen cambios significativos en este parámetro, en condiciones aceleradas (40 °C) de vida de anaquel.

Existen varios líquidos en los cuales la variación de la densidad ha sido reportada como una función decreciente de la temperatura, esto es, a medida que la variación de la temperatura va en aumento, la densidad tiende a disminuir (Chang, 1997). Sin embargo, para las emulsiones elaboradas en este estudio, al menos en el rango analizado (25 °C – 40 °C), esta dependencia no es significativa.

Los resultados anteriores pueden ser explicados si se considera que el principal componente de las emulsiones de estudio es el agua. La variación de la densidad del agua entre 25 °C – 40 °C es mínima. Por otro lado, en relación con la fracción proteica y de grasa presentes en el producto, las diferencias en densidades, como función de la temperatura, son mínimas (Choi and Okos, 1986).

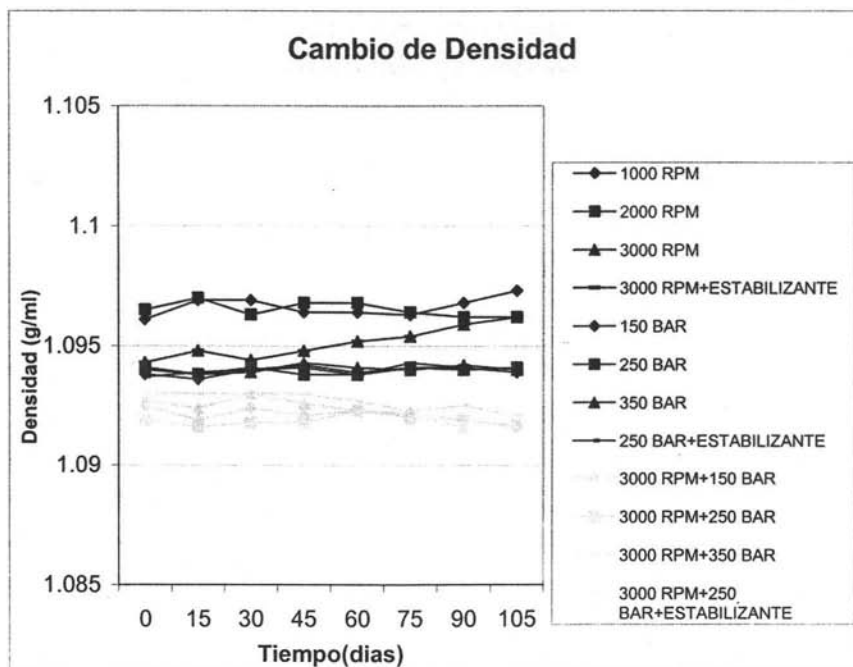


Figura IV.1 Efecto de la vida de anaquel (40 °C) en la densidad de las emulsiones preparadas bajo diferentes condiciones hidrodinámicas.

La diferencia entre los resultados observados para las doce formulaciones realizadas (4 para Rotor-Estator, 4 para Pistón y 4 para combinación de ambos procesos) es mínima. Se tiene que considerar aquí, que se trata de doce lotes diferentes con la misma formulación donde el promedio de la densidad es de 1.095 g/ml (+/- 0.005 g/ml). En otras palabras, se trata de una diferencia de 0.005 g/ml. Por otro lado, la diferencia existente entre la misma formulación durante todo el estudio de vida de anaquel (40 °C) es de 0.003 g/ml. Esto bien puede explicarse por pequeñas diferencias en el pesado de los ingredientes o durante el proceso de fabricación (mayor o menor evaporación de agua, o la incorporación del monto total de materias primas).

Con fines de comparación, la densidad de leche fresca, a temperatura ambiente, oscila entre 1.027 – 1.033 g/ml, mientras que para leche evaporada entre 1.066 - 1.068 g/ml. En particular, la densidad obtenida para las emulsiones de este estudio esta por encima de las reportadas para ambos tipos de leche.

Finalmente los resultados obtenidos en este estudio para las diferentes muestras, sugieren que la densidad y su evolución con el tiempo de almacenamiento (0 - 105 días), no son parámetros de relevancia para predecir la vida de anaquel de emulsiones enterales, como las analizadas en este estudio. Por otro lado, los resultados claramente demuestran que la composición de todas las formulaciones analizadas es muy similar y que los procesos empleados en este estudio, pueden ser comparados sin atribuir errores a la composición de cada una de las formulaciones preparadas con los diferentes equipos.

IV.2 Resultados y discusión para el pH

En la Figura IV.2 se muestran los resultados de la evolución del pH en función de la temperatura de almacenamiento (40 °C). Como los datos lo sugieren, conforme aumenta la vida de anaquel, se observa una ligera disminución del pH en algunas de las emulsiones estudiadas (150 bar, 250 bar, 350 bar y 250 bar más estabilizante). Sin embargo, esta disminución se considera como no drástica tomando en cuenta que el rango de variación es muy corto (0.1 unidades). En el resto de las emulsiones el pH se mantiene constante.

En condiciones de almacenamiento a temperatura de 40 °C, el pH se mantuvo muy estable, ya que como se menciono anteriormente, en las emulsiones donde hubo está variación, esta fue muy pequeña y en aquellas en las que se considera que no hubo variación, es por que el pH oscilo entre 0.01-0.05 unidades. El valor de pH para todas los emulsiones de este estudio esta entre 6.16 - 6.32, lo cual sugiere que prácticamente no existe variación significativa, y que la variación en los valores mencionados con anterioridad puede deberse a factores externos (forma de medición y calibración del potenciómetro).

Por otro lado, se sabe que el pH es también una función de la temperatura de almacenamiento (*Chang, 1977*). Para el caso de la leche, la mayoría de las condiciones de proceso alteran el equilibrio del sistema salino micelar. Por ejemplo, los procesos de control microbiológico donde se emplea el tratamiento térmico (pasteurización y esterilización) incrementan irreversiblemente la cantidad del fosfato coloidal, y por lo tanto el pH tiende a disminuir por la liberación de protones de los fosfatos (*Walstra y Genes*). En el presente estudio, este efecto de variación de pH por liberación de protones de fosfatos no es tan marcado y puede considerarse prácticamente nulo, ya que

los resultados de este estudio sugieren que no hay una variación significativa con respecto a la temperatura de almacenamiento.

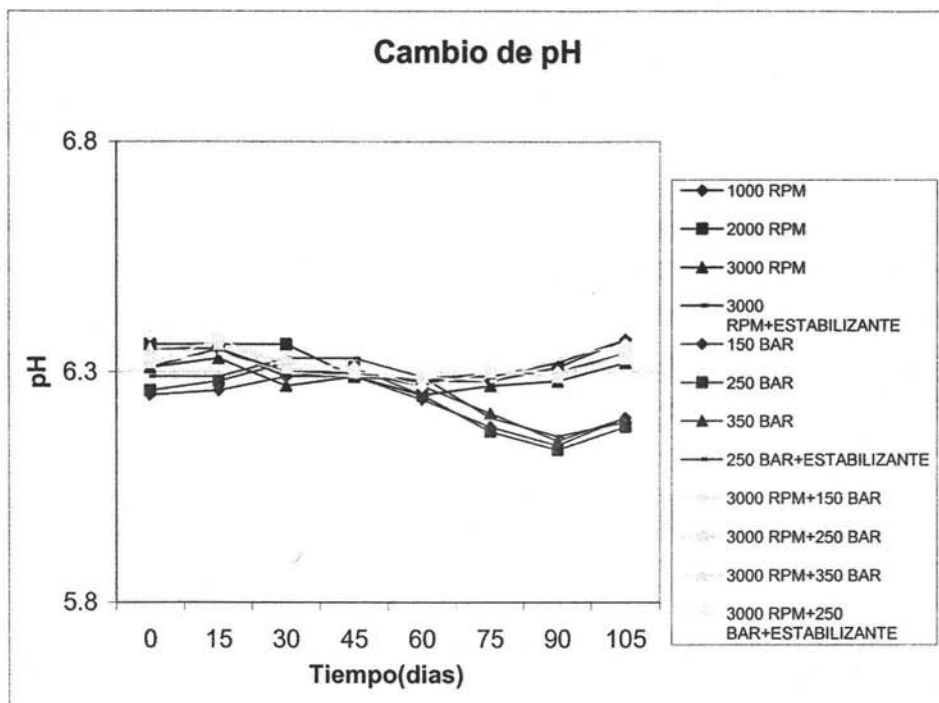


Figura IV.2 Evolución del pH durante la vida de anaquel a 40 °C.

Cabe mencionar que la ligera variación del pH presente en las emulsiones estudiadas no puede ser atribuida a actividad microbológica; ya que, esta actividad al presentarse reduce el pH, provocando que los niveles de disminución sean muy drásticos y ocurran en poco tiempo. En otras palabras, se sabe que una disminución de pH debido a actividad microbiana sería de tal magnitud que llevaría a las proteínas a su punto isoelectrico, produciendo con esto su precipitación, acompañada de olores típicos de putrefacción, y que además, se observarían grumos por la desnaturalización de la proteína. Estos cambios de pH no se comparan con los observados en las emulsiones de

estudio, donde (como ya se expresó con anterioridad) no existe variación significativa.

Al igual que en el caso de la densidad, no existen una norma o un reporte que establezca el rango de pH para este tipo de productos (emulsiones enterales). Como ya se mencionó, el rango encontrado en este estudio es de 6.16 - 6.32 para todas las formulaciones elaboradas a partir de los diferentes procesos.

Se concluye entonces que, existe una disminución muy ligera del pH con la temperatura y el tiempo de almacenamiento, pero que esta disminución no es significativa para producir una alteración en la calidad total de las emulsiones analizadas en este estudio.

IV.3 Resultados y discusión sobre la Vitamina C.

La Figura IV.3 presenta la cinética de degradación de la Vitamina C, a 40 °C. Como los datos lo sugieren, la vitamina C presenta una degradación muy significativa como función del tiempo de almacenamiento a una temperatura de 40 °C.

Cabe mencionar que las concentraciones que deben de prevalecer en este tipo de productos, si se encuentran descritas (Diario Oficial de la Federación del 21 de julio de 1997) y están en un rango entre 9.7 - 15.9 mg/100 ml de muestra (0.097- 0.159 mg/ml). Los valores obtenidos al inicio de la vida de anaquel (tiempo cero), se encuentran dentro del rango establecido por la norma oficial (acercándose al límite superior), excepto para la emulsión elaborada a 1000 rpm con rotor-estator que tiene un valor inicial de 0.1974 mg/ml.

Al analizar los datos de la Figura IV.3, es claro que todas las emulsiones estudiadas muestran concentraciones iniciales por arriba del límite superior establecido en la norma. Sin embargo, considerando los datos cinéticos de

degradación de esta vitamina durante la vida de anaquel de estas emulsiones, también es claro que, prácticamente para la mayoría de las emulsiones estudiadas, es posible garantizar un contenido de Vitamina C dentro del rango de la norma, durante toda la vida de anaquel. En algunos casos, sin embargo, se observan valores menores al límite inferior establecido por la norma.

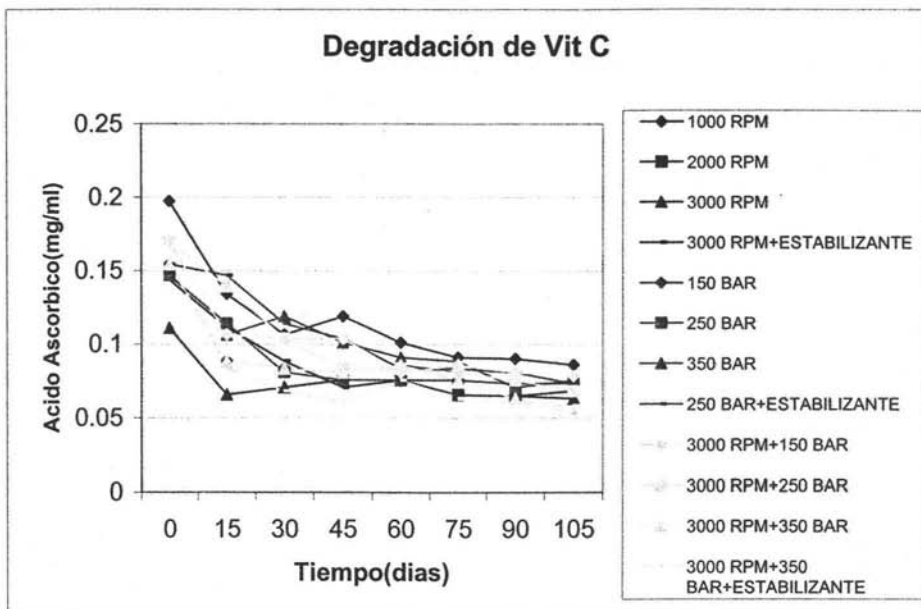


Figura IV.3 Cinética de degradación de vitamina C durante la vida de anaquel a (40 °C).

Los resultados anteriores se explican al revisar en la literatura científica sobre la degradación de la vitamina C en alimentos envasados y/o enlatados. Para explicar esta pérdida de vitamina, varios autores proponen como causa una posible degradación del ácido ascórbico debido a una combinación de las rutas oxidativa y anaeróbica, dando como resultado el ácido 2,3-dicetogulurónico, el cual no posee actividad vitamínica C (Torun et al., 1994). Estos argumentos, más los datos mostrados en la Figura IV.3, sugieren que una emulsión de este tipo tiene que ser formulada considerando la cinética de

degradación correspondiente de manera que se garantice una concentración dentro de los límites establecidos, para toda la vida de anaquel.

Para respaldar lo anterior y con objeto de determinar el tipo de cinética de deterioro que sufre la vitamina C en este tipo de emulsiones; en la tabla IV.1, se tienen los resultados de los análisis experimentales obtenidos mediante la aplicación del modelo de cinética de primer orden a la presentación comercial de las emulsiones analizadas (lata de 236 ml).

Modelo: Cinética de 1^{er} Orden Vit C = Ao Exp [-K * tiempo]				
Muestra	Ao [mg/Vit C/236ml]	K [1/días]	r²	Vida de anaquel (Días)
1000 RPM	40.1	0.008125	0.985	257.018
2000 RPM	30.847	0.008786	0.983	207.301
3000 RPM	21.396	0.004003	0.996	82.459
3000 RPM / ESTABILIZANTE	29.792	0.007273	0.988	177.944
150 BAR	29.182	0.006625	0.99	163.744
250 BAR	30.125	0.007441	0.988	182.622
350 BAR	35.088	0.007731	0.987	217.988
250 BAR / ESTABILIZANTE	36.352	0.00804	0.986	231.488
3000 RPM-150 BAR	33.894	0.007312	0.988	203.139
3000 RPM-250 BAR	37.167	0.009663	0.98	263.803
3000 RPM-350 BAR	30.362	0.008613	0.984	201.641
3000 RPM-250 BAR / ESTABILIZANTE	29.214	0.009978	0.978	211.056

Tabla IV.1. Resultados de la cinética de degradación de la vitamina C

Al revisar los resultados obtenemos que la degradación de la vitamina C sigue un modelo cinético de primer orden. Debido a que solo se estudió una temperatura establecida (40 °C) no se puede asegurar que la cinética sea dependiente de la temperatura, pero a través de un modelo tipo arrhenius, se puede describir esta dependencia, lo cual se puede representar por la siguiente ecuación

$$K(T) = K_0 e^{bt}$$

Sin embargo (tal como lo mencionamos con anterioridad), para poder aplicar este tipo de ecuación se debe contar con resultados experimentales de más de dos temperaturas para que pueda ser representativo. Dado lo anterior, con este estudio donde solo tenemos un valor de temperatura, de ninguna manera podemos asegurar que esto se cumpla.

Finalmente para poder sugerir una vida de anaquel determinada por la concentración de Vitamina C, se utilizó la ecuación de primer orden. Cabe señalar que para todas las muestras estudiadas se cuenta con los valores de A_0 y K , y se tiene el valor del límite inferior permisible de la concentración de vitamina C en este tipo de emulsiones, siendo de 23 mg / 236 ml (presentación comercial) (Diario Oficial de la Federación del 21 de julio de 1997). Entonces se puede estimar el tiempo y a continuación, sustituir en esta ecuación todos los valores antes mencionados.

Así, teniendo en cuenta que se trata de un producto prototipo, se tiene la vida de anaquel estimada para cada muestra analizada (tabla IV.1). En todo lo anterior se debe de recalcar que la vida de anaquel estimada por la ecuación de primer orden esta dada por los requerimientos de concentración de vitamina C; pero que la vida real del producto no depende solo de la concentración de esta vitamina, sino de infinidad de factores de estabilidad como el cremado, la viscosidad, formación del tamaño de partícula, etc.; es decir, podemos tener una alta concentración de vitamina C, pero una emulsión totalmente inestable.

IV.4 Resultados y discusión sobre el cremado

Antes de entrar en la discusión de los resultados de cremado, cabe señalar que, la aparición del fenómeno es una indicación relativa de la pérdida de estabilidad de la emulsión formada, debida a la acción de la fuerza de gravedad y a la diferencia de densidades entre las fases presentes. Lo anterior permite que la nata suba hacia la superficie, dándole un aspecto desagradable al producto. Este fenómeno de ninguna manera sugiere la ruptura total de la emulsión pero si, la posibilidad de que esto suceda en un tiempo relativamente corto, esto es una segregación total hasta la separación de las fases o des-emulsificación (Wong, 1995).

La Figura IV.4 muestra los valores de cremado para las formulaciones de estudio. Como en el caso de otros parámetros previamente analizados y discutidos, no existe ninguna norma que establezca o discrimine la aparición del cremado o de la nata en la superficie de una emulsión. Cabe señalar que, en el caso de las muestras de este estudio, la presencia de cremado no es evidente (visualmente) al destapar el producto. Por otro lado, para analizar e interpretar los datos mostrados en la Figura IV.4 se debe tener claro que estos son los resultados obtenidos al someter las emulsiones a 'condiciones aceleradas' de desestabilización, estas últimas obtenidas mediante centrifugación. Luego entonces el principio de comparación es simple: bajo las mismas condiciones de estrés (fuerzas de centrifugación), una emulsión que muestre menos cremado es más estable.

Como se puede observar en la Figura IV.4, el porcentaje de cremado es menor en las formulaciones donde se empleo una presión de 150 bar (ya sea solo con el empleo del homogenizador de pistón, o en combinación con rotor-estator) con un porcentaje final de 4.08 %. Por otro lado, conforme aumenta la presión, este porcentaje tiende a aumentar, presentado valores hasta del doble

(8.16 %). Estos resultados sugieren que, las emulsiones que presentan una mayor estabilidad son aquellas donde se empleo una presión de 150 bar.

Si se trata de relacionar estos porcentajes con la eficacia de cada proceso empleado, para el caso donde solamente se empleo el equipo rotor-estator, los porcentajes de cremado son muy altos (de hecho, estos valores son los más altos, hasta un 10.22% de cremado cuando se emplean condiciones de dispersión en el rango 1000 - 2000 rpm). Consecuentemente, este proceso es el menos eficaz para lograr la formación de una emulsión estable bajo las condiciones de almacenamiento empleadas.

Para las emulsiones producidas con el homogenizador de pistón, la formación de nata o cremado es mucho menor que la observada en las emulsiones procesadas con rotor-estator. Si solo se analizan estos resultados, es posible concluir que el homogenizador de pistón es más eficiente en la formación de este tipo de emulsiones que el rotor – estator. Sin embargo, esta comparación y consecuentemente la conclusión es relativa y puede no ser valida. Un mejor parámetro para evaluar el desempeño hidrodinámico de un equipo de dispersión en la formación de una emulsión, es la densidad de energía (Karbstein & Schubert, 1995)

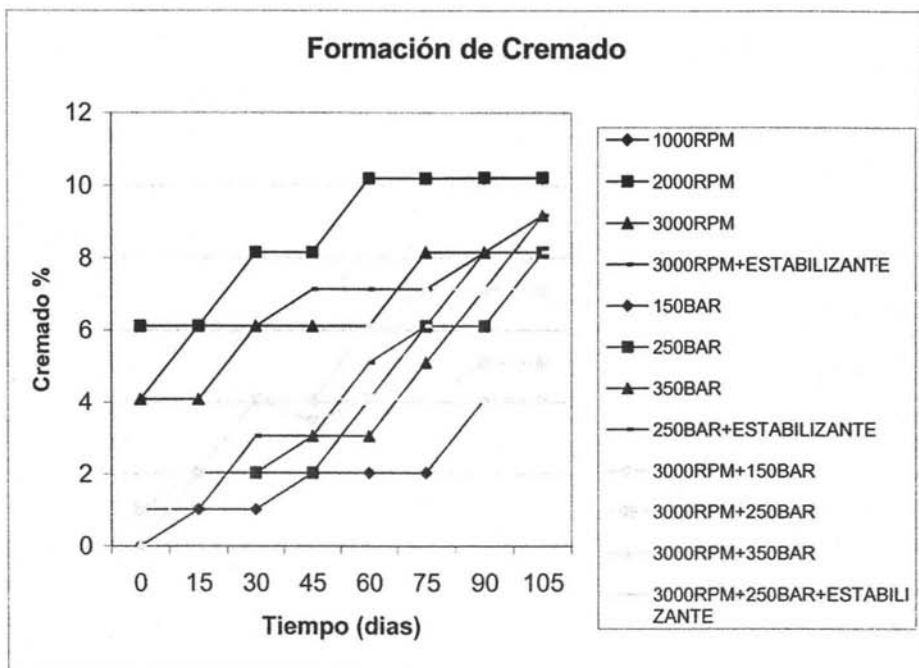


Figura IV.4 Efecto de la vida de anaquel (40 °C) sobre la formación de cremado en las emulsiones preparadas bajo diferentes condiciones hidrodinámicas.

La densidad de energía, E_v , es la energía disipada por unidad de volumen, definida por la comparación de los resultados de la distribución de tamaño de gota formada por diferentes equipos o sistemas de dispersión (rotores-estatores de alta cizalla) durante la formación de una emulsión; esto expresado por la siguiente ecuación

$$E_v = \bar{\varepsilon} \bar{t} = \frac{P}{\dot{V}}$$

Donde:

$\bar{\varepsilon}$ = Poder de densidad promedio

\bar{t} = Tiempo residente promedio

P = Poder de energía consumida

\dot{V} = Velocidad de fluido

Dada esta ecuación, se debe además considerar el diámetro promedio Sauter (creado por el equipo de dispersión) expresado por

$$d_{3,2} = C \cdot E_v^{-b}$$

Donde:

$d_{3,2}$ = diámetro promedio Sauter

C = Constante promedio de la viscosidad en la fase de dispersión

b = Constante de la función del mecanismo de distribución

($b \cong 1$ para laminar y $b \cong 0.4$ para turbulentos)

Lo anterior significa que, para que la comparación sea 'equitativa', los equipos de dispersión o emulsificación tienen que ser comparados tomando como base una misma densidad energética y evaluando la calidad de la dispersión a través del diámetro promedio Sauter (este último basado en la superficie creada por el equipo de dispersión). Una comparación de esta naturaleza está fuera de los objetivos del presente trabajo, por lo que no se sabe que tan cercana fue la densidad energética empleada en cada equipo durante el estudio, y por lo tanto no se puede predecir la existencia de una comparación en base a la densidad energética empleada.

Finalmente, en el caso de las emulsiones preparadas con la adición de estabilizante (en este caso, un hidrocoloide), los resultados de la Figura IV.4 sugieren que las tres tecnologías empleadas no tienen impacto significativo en el cremado, obviamente bajo estas condiciones de formulación (alrededor de un 0.5 % de estabilizante). En otras palabras, el uso del estabilizante, en el rango de concentración empleado y en las condiciones de proceso estudiado (presión y velocidad), no mejoró la estabilidad (cremado) de las emulsiones.

IV.5 Resultados y discusión para el monitoreo de viscosidad.

En la Figura IV.5 se muestra la evolución de la viscosidad como función de la temperatura y el tiempo de almacenamiento (40 °C/105 días).

En primera instancia tenemos que para el proceso de preparación de emulsión mediante rotor-estator la viscosidad es prácticamente constante durante todo el estudio, esto posiblemente nos demuestre que se trata de un líquido con un comportamiento del tipo Newtoniano.

Observando los valores obtenidos en las formulaciones donde se empleó el equipo de homogenizador de pistón tenemos que, conforme se incrementa la presión de homogenización, la viscosidad aumenta, esto también se aprecia en las formulaciones donde se empleó la combinación de ambos procesos (homogenizador de pistón y rotor-estator). Es claro entonces que, dependiendo de la tecnología empleada para producir la emulsión, se puede obtener un producto con comportamiento viscoso del tipo Newtoniano o un producto con un comportamiento no-Newtoniano del tipo pseudoplástico, como es el caso del uso de homogenizadores de alta presión o la mezcla de sistemas de dispersión.

Tratando de interpretar la Figura IV.5 tenemos que, a altas presiones, la viscosidad aumenta como es en el caso de las formulaciones a 350 bar y 350 bar más la presencia de una pre-homogenización a 3000 RPM/3 minutos. Esto confirma lo dicho con anterioridad, cambios en la presión durante la homogenización producen efecto sobre la viscosidad final del producto.

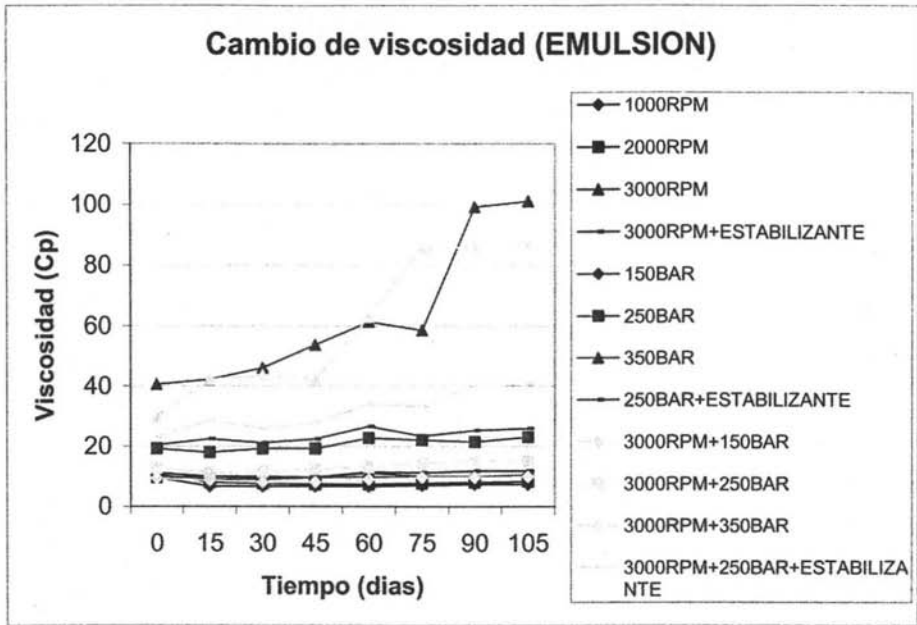


Figura IV.5 Efecto de la vida de anaquel (40 °C) sobre la viscosidad en las emulsiones preparadas bajo diferentes condiciones hidrodinámicas.

Estudios realizados previamente (Paquín Paúl, 1999) indican que el aumento de la presión siempre va a producir efectos sobre la viscosidad, ya que si bien, el proceso de homogenización de pistón es el más adecuado para lograr la mayor estabilidad dentro de emulsiones tipo lácteas, el no tener un control de la presión específica de homogenización, puede ocasionar rupturas o alteraciones de proteínas y de polisacáridos que se encuentren presentes dentro de la emulsión homogenizada, lo cual traerá por consecuencia una inestabilidad de la emulsión y un incremento de la viscosidad por la formación de complejos entre las proteínas y los polisacáridos alterados (Paúl Paquín, 1999). Estos complejos formados, posiblemente explica lo que en primera instancia se observó en el análisis de nuestras muestras (aumento de viscosidad por el aumento de presión).

En la figura IV.5, también observamos que los valores de viscosidad para el proceso de elaboración de emulsiones por medio del equipo de alta cizalla (rotor-estator) son bajos, pero esto no quiere decir que, si el valor de la viscosidad es bajo, la estabilidad y la formación de la emulsión son aceptables, ya que efectivamente en este caso la viscosidad es baja, pero la formación de la emulsión (tal como se observa en las fotografías del producto final tomadas con cámara digital –presentadas en el apartado siguiente-) es prácticamente nula.

Aunque no existe un parámetro (norma) que nos indique cual es la viscosidad que debería de tener nuestra emulsión, se debe de tomar en consideración que al tratarse de un producto comestible, esta viscosidad tiene que ser sensible para el paladar del consumidor, y además la homogeneidad del producto tiene que ser de forma total.

Finalmente, los resultados sugieren que referente a la viscosidad, **las mejores formulaciones son aquellas donde la presión es la más baja (150 bar), ya sea con el solo proceso de homogenizador de pistón o en la combinación de este con el de rotor-estator.** Lo anterior se puede asegurar de una manera más amplia por los resultados obtenidos en los otros parámetros de estudio que son de relevancia para la determinación de estabilidad de la emulsión (tamaño de partícula, cremado, observación visual de la emulsión y posiblemente microscopia), y que también aseguran que estas formulaciones (de baja presión) son las más estables.

IV.6 Resultados y discusión para la observación visual de las emulsiones formadas por los diferentes procesos.

Las fotografías expresadas en las Figuras IV.6, tomadas con cámara digital al final de la vida de anaquel (105 días/40 °C) nos determinan que, como procesos, el menos aceptable para la formación de emulsiones lácteas es el de rotor-estator, ya que para los casos de 1000 y 2000 rpm, a los 15 días de transcurrir la vida de anaquel estas emulsiones ya estaban completamente separadas (en sus dos fases); para la emulsión de 3000 rpm a los 70 días de la vida acelerada ya se empezaba a presentar esta separación, aunque al término del estudio no se obtuvo una completa separación de fases. En la emulsión donde se agregó el estabilizante, vemos que este no tuvo ningún efecto dentro de la emulsión, ya que al igual que en 3000 rpm, esta empieza a perder la estabilidad (separación de fases) a los 70 días de estudio.

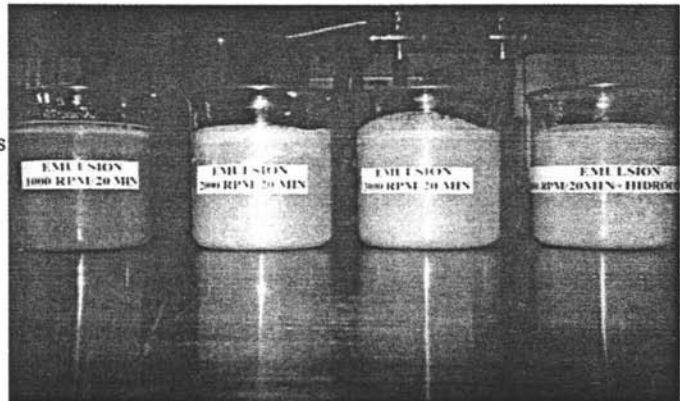
Para los procesos donde se empleó el equipo homogenizador de pistón (solo y en combinación con el rotor-estator), tenemos que al igual que en el cremado y la viscosidad (interpretados con anterioridad), siempre que se aumenta la presión la estabilidad de la emulsión se va perdiendo (se observa claramente en las fotografías); de hecho, se puede observar que **las mejores formulaciones son las que se formaron con una presión de 150 bar, y 150 bar más una pre-homogenización de 3000 rpm/3 minutos con rotor-estator**, que son los procesos en donde la presión empleada durante todo el estudio es la menor, y que a su vez conforme se aumenta la presión esta estabilidad se va perdiendo (ya que a 250 bar también se observa un comienzo de separación de fases, pero que es menor que a 350 bar).

Por otro lado, se determinó que, a través de las fotografías el equipo de homogenizador de pistón es el más eficaz para lograr la formación de emulsiones lácteas, pero que el empleo de este se debe de realizar con un control de la presión de formación, ya que este factor puede ser de gran beneficio para la estabilidad de la emulsión o puede traer consecuencias graves

de inestabilidad (ruptura de emulsión). Para el caso del equipo de alta cizalla (rotor-estator), no se puede concluir que este tipo de equipos es no apropiado para lograr la estabilidad de este tipo de emulsiones, ya que posiblemente ésta estabilidad se logre con el empleo de este equipo, pero con otros factores de operación (posiblemente una mayor velocidad, un mayor tiempo o una conjugación de ambos parámetros), ya que como se obtuvo en este estudio, estos factores no fueron apropiados para lograr una emulsión estable.

Figuras IV.6 Fotografías tomadas a las emulsiones al término de la vida de anaquel con cámara fotográfica digital.

Emulsiones realizadas con el equipo rotor estator.



Emulsiones realizadas con el equipo homogenizador de pistón.



Emulsiones realizadas con los equipos rotor-estator y homogenizador de pistón.



IV.7 Resultados y discusión para la observación a través de microscopio de las emulsiones formadas por los diferentes procesos.

Tenemos que explicar que la observación a través del microscopio (Figuras IV.7, IV.8 y IV.9), no se realizó en una forma de cuantificación de partículas por unidad de área, sino que solamente se observaron estas partículas en relación a su tamaño; de lo cual obtuvimos lo siguiente:

Para el proceso de formación de emulsión con el equipo rotor-estator (Figura IV.7), tenemos que conforme se aumenta la velocidad en el tiempo especificado, el tamaño de las partículas es más pequeño y uniforme, y que por el contrario al disminuir la velocidad, el tamaño es más grande y menos uniforme (partículas grandes y de diferente tamaño).

Esto es claro, ya que como se sabe, la formación de una emulsión a través de un equipo de alta cizalla esta determinada por las condiciones de proceso (velocidad de cizalla y tiempo de cizallamiento), lo cual da como resultado que cuando se emplea una mayor velocidad de cizalla y un mayor

tiempo de cizallamiento, se obtiene una emulsión más estable a determinado tiempo de vida de anaquel con un tamaño de partícula menor.

Estos resultados (a mayor velocidad y tiempo, menor tamaño de partícula) son similares a los observados en las otras pruebas donde se obtiene información directa sobre la estabilidad de las emulsiones formadas (cremado, viscosidad y tamaño de partícula); donde para el cremado, se obtuvo de igual manera que en las emulsiones formadas con equipo de alta cizalla, el valor de cremado disminuye a medida que aumenta la velocidad de cizallamiento, dando como resultado una mayor estabilidad. También este mismo caso de estabilidad se presentó con la viscosidad y el tamaño de partícula, donde de igual manera a medida que se aumenta la velocidad la estabilidad de la emulsión (determinada a través de estos dos parámetros) es mayor.

Para los procesos de formación de emulsión donde se empleo el equipo homogenizador de pistón (Figuras IV.8 y IV.9) tenemos que no existe ninguna diferencia entre las 8 formulaciones realizadas (4 para homogenizador de pistón solo, y 4 para homogenizador de pistón con combinación de rotor-estator), ya que para todas estas formulaciones el tamaño de partícula es muy similar en cuanto al tamaño y uniformidad.

Lo anterior es claro, ya que como se aprecia en las diferentes fotografías de microscopia, los tamaños de partículas son muy similares para las emulsiones donde se empleo el homogenizador de pistón. Por lo tanto, el tamaño de partícula observado para las emulsiones procesadas a partir del homogenizador de pistón es en gran medida mucho más pequeño que el observado en aquellas emulsiones donde solo se empleo el equipo de alta cizalla (rotor estator).

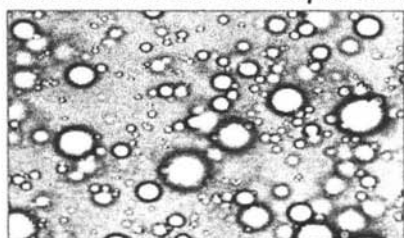
Como se dijo anteriormente el aumento de la presión va a producir efectos sobre la estabilidad de la emulsión, debido a que al no tener un control

de la presión específica de homogenización, se pueden ocasionar rupturas o alteraciones de proteínas y polisacáridos que se encuentren presentes dentro de la emulsión homogenizada, lo cual traerá como consecuencia una inestabilidad de la emulsión (Paquin Paúl, 1999). Es por eso que aunque todas las fotografías son muy similares para las diferentes presiones empleadas (en cuanto al tamaño de partícula), todas se presentan en este apartado, ya que se esperaba que este efecto antes mencionado pudiera ser observado claramente, pero en este parámetro este efecto de inestabilidad no es apreciado; por lo tanto concluimos que a través de la observación al microscopio no se puede predecir inestabilidad de la emulsión al aumentar la presión durante la vida de anaquel monitoreada.

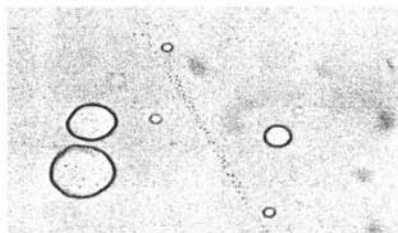
Para el caso de aquellas formulaciones donde se empleó el estabilizante (hidrocoloide) dentro de la composición estructural de la emulsión, podemos apreciar que no ejerce ningún efecto el que esté o no en la emulsión, dado que las observaciones en el microscopio no se ven modificadas con su presencia, lo cual ya sea había predicho en los parámetros de análisis anteriores.

De todo lo anterior, podemos expresar que este proceso de observación al microscopio, solamente nos proporciona información para determinar que el empleo del equipo de homogenizador de pistón es mucho más eficaz que el empleo de rotores-estatores (por formar partículas más pequeñas y uniformes). Finalmente aclaramos que se pudo haber hecho la medición del número de partículas por unidad de área, y que esto nos habría dado una mayor información, no solo de los procesos empleados, sino también de las condiciones hidrodinámicas en que estos fueron manipulados (velocidad, tiempo, presión y empleo de estabilizante), es por eso que el parámetro de mayor relevancia para este estudio es el de tamaño de partícula que mencionamos al finalizar esta sección, el cual se determinó por medio de un equipo MALVERN MASTERZISER 2000.

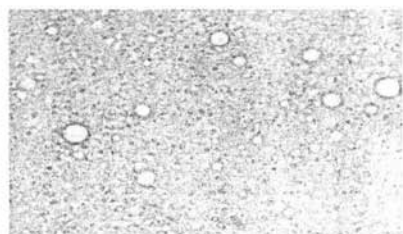
Figura IV.7 Fotografías de las emulsiones elaboradas con rotor-estator al inicio y al término de la vida de anaquel con microscopio óptico OLIMPUS BX45 a 100X.



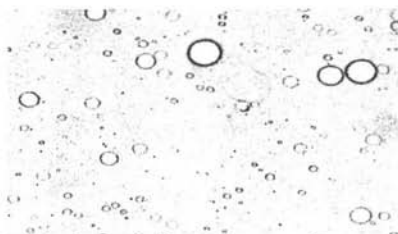
1000 rpm/20 min inicio



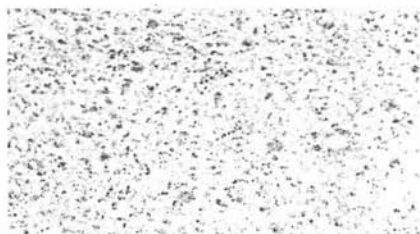
1000 rpm/20 min final



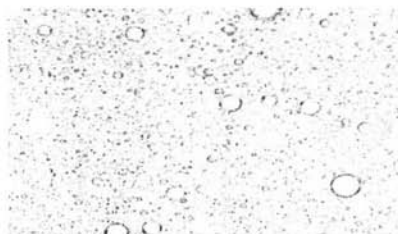
2000 rpm/20 min inicio



2000 rpm/20 min final



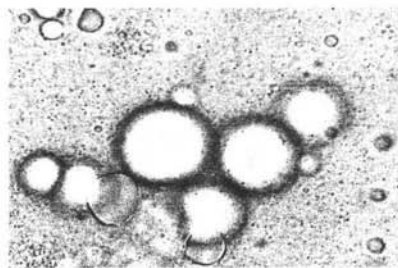
3000 rpm/20 min inicio



3000 rpm/20 min final



3000 rpm/ 20min con hidrocoloide

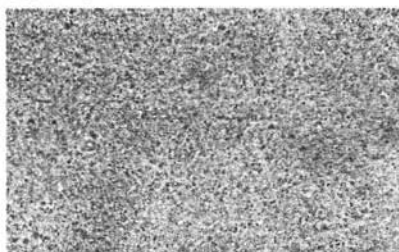


3000 rpm/20 min con hidrocoloide

Figura IV.8 Fotografías de las emulsiones elaboradas con homogenizador de pistón más rotor-estator (3000 rpm / 20 min) al inicio y al término de la vida de anaquel con microscopio óptico OLIMPUS BX45 a 100X.



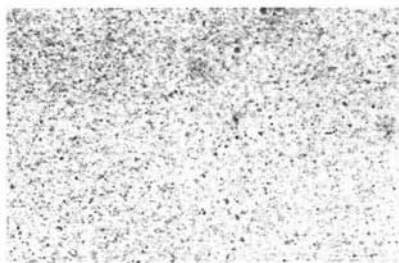
150 bar + 3000rpm /3 min inicio



150 bar + 3000 rpm/3 min final



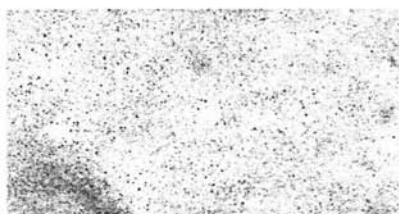
250 bar + 3000 rpm/3 min inicio



250 bar + 3000 rpm/3 min final



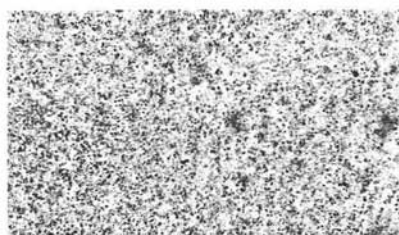
350 bar + 3000rpm/3min inicio



350 bar + 3000rpm/3min final



250 bar + 3000 rpm/3 min +
Hidrocoloide inicio

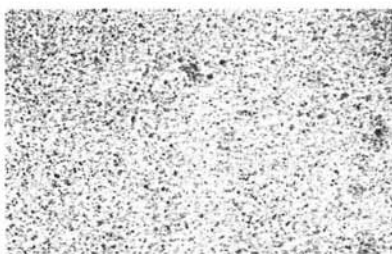


250 bar + 3000 rpm/3 min+
Hidrocoloide final

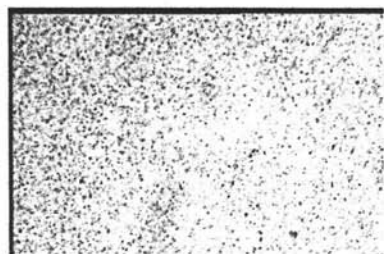
Figura IV.9 Fotografías de las emulsiones elaboradas con homogenizador de pistón al inicio y al término de la vida de anaquel con microscopio óptico OLIMPUS BX45 a 100X.



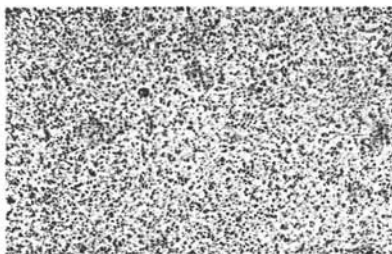
150 bar inicio



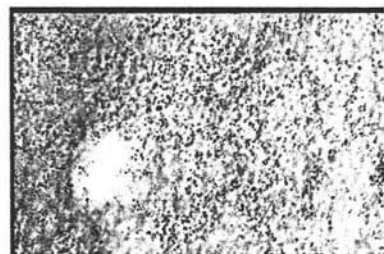
150 bar final



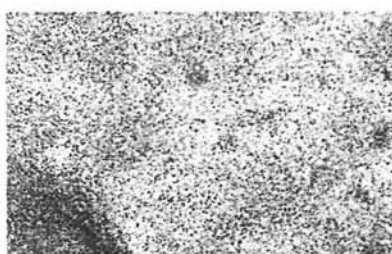
250 bar inicio



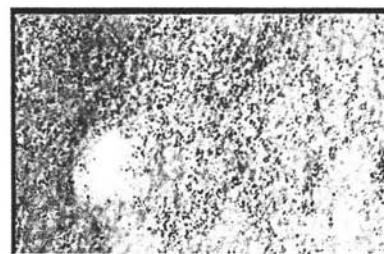
250 bar final



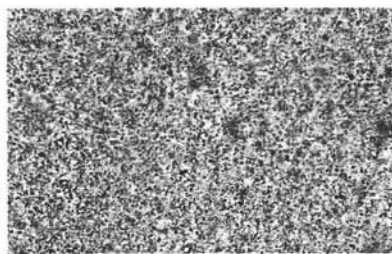
350 bar inicio



350 bar final



250 bar + Hidrocoloide inicio



250 bar + Hidrocoloide final

IV.8 Resultados y discusión para el tamaño de partícula de las emulsiones obtenidas durante el estudio, a través de diferentes procesos.

Antes de iniciar con el análisis de tamaño de partícula, cabe señalar que los resultados obtenidos para este parámetro se encuentran registrados en el Apéndice 2 de este documento (RESULTADOS DE TAMAÑO DE PARTICULA).

Dado que, se trata de un extenso volumen de gráficas, hacemos mención solamente de algunas gráficas en específico, dentro de las cuales tratamos de englobar la mayor parte de la información generada para este parámetro.

El seguimiento de nuestro análisis para este parámetro, es el siguiente:

- ❖ Tener por separado los resultados de tamaño de partícula para cada proceso y dependiendo de lo obtenido haremos la comparación entre los tres procesos empleados (Para esto nos enfocaremos principalmente a las gráficas 9, 10, 23, 24, 37 y 38).
- ❖ Comparación de la mejor emulsión generada a través del equipo rotor-estator (dependiendo de las condiciones de operación) contra todas las emulsiones obtenidas mediante el equipo homogenizador de pistón (gráficas 43-50).
- ❖ Comparación del efecto causado por la incorporación del estabilizante (hidrocoloide) dentro de la formulación; para lo cual se comparará en las mismas condiciones de proceso y tras el empleo del mismo equipo o equipos (gráficas 51-54).
- ❖ Comparación de **las dos mejores emulsiones** (según las gráficas 55 y 56 se trata de las elaboradas a **150 y 250 bar** con el empleo único del equipo Homogenizador de Pistón).

Para las gráficas 9 y 10 que nos esquematizan los resultados del equipo rotor-estator al inicio y al termino de la vida de anaquel acelerada (105 días/40 °C), tenemos que la mejor emulsión formada al inicio es la de 2000 rpm/20 minutos (con un tamaño de partícula promedio de 1 a 2 nm), seguida de las formulaciones realizadas a 3000 rpm con y sin estabilizante, finalmente la emulsión formada a 1000 rpm es la menos eficiente, ya que como se observa en la gráfica presenta un tamaño promedio de 100 nm.

Para la etapa final de este proceso, tenemos que la mejor emulsión al termino de toda la vida de anaquel es la realizada a 3000 rpm/20 minutos sin estabilizante, seguida de la de 2000 rpm y al ultimo por las de 1000 rpm y 3000 rpm con estabilizante (El tamaño de partícula promedio de todas estas emulsiones en su etapa final es alrededor de 100 nm).

Para las gráficas 23 y 24 que nos esquematizan los resultados obtenidos para el tamaño de partícula a través del equipo homogenizador de pistón tenemos un gran cambio en comparación con las gráficas anteriores, ya que se observa una disminución drástica de tamaño de partícula.

Al inicio de nuestra vida de anaquel la mejor emulsión es la que se formo a 150 bar de presión (solo presenta un tamaño de partícula promedio de 0.2 nm.), seguida por las de 250 bar (sin y con la adición de estabilizante) que presentan dos tamaños de partícula (0.2 nm y de 2-4 nm); por último encontramos que la emulsión realizada a 350 bar, también presenta dos diferentes tamaños de partícula con el valor de 0.2 nm y 8-12 nm, lo cual la hace ser la que presenta una menor estabilidad.

Al termino de la vida de anaquel, se observa que todas las emulsiones elaboradas con el homogenizador de pistón no presentan una variación drástica en relación con los valores obtenidos de tamaño de partícula de la etapa inicial

del estudio, es decir, la mejor emulsión sigue siendo la que se formó a 150 bar, seguida de las demás (al igual que en el estado inicial). Lo anterior puede ser explicado si se toma en consideración que una de las formas de producir inestabilidad a una emulsión es a través de la desnaturalización de sus polímeros (proteínas) que la forman (Paúl, Paquin, 1999), y que esta es causada por el aumento de presión; por lo tanto al producir un daño dentro de la estructura de la emulsión, por consiguiente tendremos un mayor tamaño de partícula.

Las gráficas anteriores nos exponen un comportamiento muy similar al encontrado con hidrolizados de gluten, donde el proceso con un equipo de homogenización por presión fue superior al de hidro-cizalla, dando el primero una mayor resistencia a la coalescencia, un decrecimiento en el tamaño de partícula, una mayor estabilidad de gota y un aumento en el área superficial específica (E. Linares, 2001).

Las gráficas 37 y 38 nos presentan los resultados obtenidos para el tamaño de partícula de las diferentes emulsiones formadas a través de la combinación de los dos equipos antes mencionados (pre-homogenización con rotor-estator y homogenización con homogenizador de pistón a diferentes presiones de trabajo); dentro de los resultados obtenidos en la etapa inicial de la vida de anaquel para la combinación de estos dos equipos, no podemos deducir que exista una formulación que se encuentre mejor que las demás, ya que todas las emulsiones realizadas (150 bar, 250 bar con y sin estabilizante y 350 bar, -todas con pre-homogenización de 3000 rpm/3 min-) se observan de una manera muy similar. Para la etapa final en este tipo de procedimiento tenemos que todas las emulsiones presentan un comportamiento muy extraño y que no presentan ninguna relación con la etapa inicial, aunque deducimos de lo observado en la gráfica 38 que la mejor formulación para este proceso es la de 150 bar con pre-homogenización, ya que el valor del tamaño de partícula para esta formulación es de alrededor de 0.1 a 5 nm, seguida de las dos emulsiones elaboradas a 250 bar (con y sin estabilizante) con un valor promedio de 10 nm y

por último la emulsión formada a 350 bar con pre-homogenización con un valor de tamaño de partícula de 100 nm.

De todo lo anterior tenemos que el mejor proceso de elaboración para este tipo de emulsiones es aquel donde solamente se emplea el homogenizador de pistón; y que el empleo del homogenizador de rotor-estator en las condiciones de estudio no favorece de ninguna manera la estabilidad de la emulsión. En el proceso donde existe la combinación de estos equipos, no entendemos el porque se produce un cambio tan drástico en relación con el proceso de homogenización por pistón, de hecho, esperaríamos que la pre-homogenización tuviera un efecto favorable para el tamaño de partícula y representará una mejor estabilidad para la emulsión donde se lleva a cabo.

Posiblemente lo anterior se pueda explicar con lo encontrado por Paúl Paquin dentro de los efectos causados por la presencia de altas presiones en los glóbulos de grasa, proteínas de leche y polisacáridos, donde especifica que la presencia de una presión no controlada para estos compuestos, puede causar efectos dentro de sus características funcionales, ya que posiblemente al desnaturalizarlos, se empiecen a formar complejos unos con otros (proteína-grasa, proteína-polisacáridos, polisacáridos-grasa). Esto, tratando de relacionar la pre-homogenización con una etapa inicial de homogenización, se podría creer que el producto después de haber sido llevado a pre-homogenización, no necesitaría una presión alta para lograr su completo proceso de homogenización, es decir, que el rango de presión estuviera por debajo de los 150 bar (posiblemente 100 bar) que es la mínima presión empleada en este estudio después de realizar la etapa de pre-homogenización (Paúl Paquin, 1999).

Dentro de nuestro análisis de tamaño de partícula, tratamos de comparar además, la mejor emulsión formada al emplear el equipo rotor-estator contra todas las emulsiones generadas por el equipo homogenizador de pistón a

través de las diferentes presiones ejercidas (esto se aprecia en las gráficas 43-50); de lo anterior encontramos que en todos los casos, las emulsiones formadas por el equipo homogenizador de pistón, sobre pasan en estabilidad (y por mucho) a la mejor emulsión formada por rotor-estator; de esto, se deduce que el equipo de rotor-estator posiblemente no pueda ser funcional para la formación de una emulsión estable tipo leche reconstituida, o que las condiciones hidrodinámicas con las cuales fue empleado este equipo no fueron las correctas para lograr estabilidad aceptable para nuestra emulsión (Karbstein & Schubert, 1995).

Dentro este parámetro, también se compararon las dos emulsiones en donde se puede apreciar el efecto causado por la adición de un estabilizante a la composición de la emulsión (Para este efecto solo se tomo el proceso de homogenizador de pistón, ya que fue el más eficiente para la formación de la emulsión, siendo las de 250 bar con y sin estabilizante las analizadas), como podemos ver en las gráficas 23 y 24, tanto en la etapa inicial como en la etapa final de nuestra vida de anaquel, ambas formulaciones muestran tener el mismo comportamiento dentro de este parámetro de tamaño de partícula, de lo cual se determina que la incorporación de este estabilizante no produce un efecto ni favorable, ni perjudicial dentro de la estabilidad de nuestra emulsión.

Es importante enfatizar que la incorporación del estabilizante no produce efectos positivos sobre la estabilidad de la emulsión (en todas las condiciones hidrodinámicas), esto puede ser atribuido a que la presencia de carragenina produce puentes de enlace con la proteína dando origen al aumento de tamaño de partícula, lo que se llama floculación por puenteo (Dickinson, 2003), lo cual para este estudio, trae como consecuencia que se vea afectado el tamaño de gota de la emulsión por el efecto contrario de estabilidad que ocasiona el hidrocoloide empleado en la formación de la misma.

Finalmente en este parámetro se realizó una comparación entre las dos mejores emulsiones formadas, lo cual se puede observar en las gráficas 53 y 54, cabe mencionar que estas dos emulsiones (150 bar y 250 bar elaboradas únicamente con homogenizador de pistón) no presentan una variación de tamaño de partícula durante toda la vida de anaquel, pero como referíamos con anterioridad en el análisis para este proceso, la mejor emulsión es la elaborada con 150 bar de presión (con un solo valor de tamaño de partícula), y por consiguiente la elaborada a 250 bar (con dos valores distintos de tamaño de partícula); de esto podemos determinar que posiblemente, este valor de presión de 150 bar sea el adecuado para lograr una buena estabilidad de nuestra emulsión, y que si esta presión se aumenta la estabilidad se vea afectada, pero no se sabe que es lo que pasaría si esta presión se disminuyera, por lo tanto, estas condiciones hidrodinámicas, quedan abiertas para estudiar el efecto de la presión dentro de la emulsión por debajo de los 150 bar.

CONCLUSIONES

- ✓ Las emulsiones formadas a partir de un homogenizador de pistón (presión) presentan una mayor estabilidad, superando notablemente a las emulsiones formadas a partir de un homogenizador de alta cizalla (rotor-estator).
- ✓ Las presiones ejercidas en la emulsiones lácteas -tipo leche reconstituida- provocan variaciones en la estabilidad, obteniéndose que a partir de una determinada presión (150 bar), la emulsión se mantiene estable, pero conforme aumenta la presión la estabilidad de la emulsión se ve desfavorecida, además de que al emplear un estabilizante (hidrocoloide) a una presión alta, este no favorece a la estabilidad de la emulsión.
- ✓ La velocidad de agitación empleada en la formación de emulsiones a partir del homogenizador de alta cizalla (rotor-estator) no fue suficiente para lograr la estabilidad de las emulsiones lácteas elaboradas, y aún al aplicar un estabilizante no se pudo mantener estable a la misma.
- ✓ La combinación de dos procesos de formación de emulsiones (alta cizalla y presión) no fue favorable para lograr la estabilidad de las emulsiones lácteas elaboradas, ya que al incorporar una pre-homogenización, se producen efectos reversibles de estabilidad en las emulsiones formadas, y aun al aplicar un estabilizante, no se observa efecto para favorecer la estabilidad.

RECOMENDACIONES

- ❖ Dado que la mejor formulación para este estudio fue la elaborada a partir del empleo de homogenizador de pistón a 150 bar, y que al aumentar la presión la estabilidad se ve desfavorecida; se propone realizar un estudio sobre este proceso de elaboración de emulsiones lácteas, pero por debajo de la presión de 150 bar para ver el efecto causado por debajo de esta magnitud y poder saber hasta que mínima presión se puede mantener la estabilidad de la emulsiones lácteas.
- ❖ Por lo observado en el proceso de elaboración de emulsiones a base de homogenización por alta cizalla (rotor-estator), proponemos que se realice un estudio semejante al realizado para este solo proceso, pero con el empleo de mayores velocidades y tiempos de agitación, así como la combinación de ambos parámetros de tal forma que su desempeño pueda ser evaluado a través de la densidad energética.

BIBLIOGRAFIA

- Becher P., Emulsions, latices, and dispersions, pp.,77-93, New York: M. Dekker, 1991.
- Brennan, J. G. Las operaciones de la ingeniería de los alimentos. 3ª Edición Editorial Acribia. Capitulo 5 "mezclado y emulsiones". (1998).
- Brito de la Fuente E. Reología y Mezclado Notas del curso de Ingeniería Mecánica y Eléctrica U. S. B. México, D. F. (2000).
- Chang, R. Química. Mc. Graw Hill, U.S.A, pp.450, 639, (1997).
- Charalambous, G, Doxastakis, G. Food Emulsifiers Chemistry, Technology, Functional Properties and Applications, Elsevier, The Netherlands, pp. 1-7, (1989).
- Choi, Y. Okos and M. R. Effects of temperature and composition on the thermal properties of foods, in Food Engineering and process Applications, Volume 1, Transport Phenomena, M. Le Maguer and P. Jelen eds. Elsevier Applied Science Publishers, New York, pp. 93-101, (1986).
- Codex Alimentarius. Vol. XIV; 1991; Aditivos Alimentarios; Requisitos Generales.
- Cortes Quezada Verónica, Emulsificantes y su aplicación en la industria de alimentos, tesis de licenciatura de química en alimentos Facultad de Química UNAM, México 1998, Pág.15-21.

- Delgado Martínez Susana, Estudio de vida de anaquel de una emulsión polimérica a base de Caseinato de calcio, tesis de licenciatura de química en alimentos, Facultad de Química UNAM, México 2003.
- Diario Oficial de la Federación 21 de julio de 1997.
- Dickinson, E. Milk Protein Interfacial Layers and the Relationship to Emulsion Stability and Rheology, Colloids and Surfaces. Elsevier, Leeds, pp. 197-210 (2001).
- Dickinson Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems Food Hydrocolloids 17 (2003) pp 25-39.
- Fellows, P. Tecnología del proceso de los alimentos. Principios y Prácticas. Acribia, Zaragoza, España, pp. 90, 122, (1994).
- Fennema, O.R. Química de los Alimentos, Acribia, Zaragoza, España, pp. 550-551, 918, (1993).
- Ferriol, A. Aditivos dispersantes. Sociedad Argentina de Tecnólogos en Recubrimientos. Argentina 1998.
- Gardi, N. and Leser, M. E. Emulsification Properties of Hydrocolloids, Polymers for Advanced Technologies, pp. 123-135. (2001).
- Geankoplis, C.J. Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias. CIA Editorial Continental S.A. de C.V., México, pp. 682, 736, (1982).
- Heldman, D. R. et al Introducción a la ingeniería de los alimentos 2ª edición Editorial Acribia. (1998).

- Karbstein & Schubert, Developments in the continuous mechanical production of oil-in-water macro-emulsions, Chem. Eng. & Proc., 34, pp. 205 (1995).
- Lewis, Richard J. Food Additives Handbook. Ed. De Van Nostrand Reinhold. N. Cork, 1998.
- Linares, E., Lareé, C., and Popineau, Y. Freeze-or Spray-Dried Gluten Hydrolysates. 2. Effect of Emulsification Process on Droplet Size and Emulsion Stability, Journal of Food Engineering. Elsevier, Quétigny, pp. 137-146 (2001).
- Luna, Sweden, Dairy Processing Handbook, Publisher by Tetra pack Processyn Systems AB, 1996.
- Man, C. M. D. Shelf life Evaluation of Foods. Blackie Academic & Professional, Glasglow, Great Britain, pp. 262-264, (19949).
- Nava Ramírez J.A., Caracterización hidrodinámica de un agitador helicoidal con fluidos de comportamiento pseudoplástico, tesis de ingeniero en alimentos UNAM, facultad de estudios superiores Cuautitlan, México 1996.
- Montejo, J. C. Y Grupo de Trabajo de Metabolismo y Nutrición enteral: indicaciones y dietas enterales, Med. intensiva, 18 (8), pp. 20-34, (1994).
- Muller H. Introducción a la reología de los alimentos Acribia, México. (1982),

- Myers K. J. et. Al Canadian Journal Chemical Engineering, vol. 79, No. 1 pp. 94-99. (2001).
- Paquin, P., Technological Properties of High Pressure Homogenizers: The Effect of Fat Globules, Milk Proteins, and Polisaccharides, International Dairy Journal. Elsevier, Québec, pp. 329-335, (1999).
- Potter, A. Homogenization of Milk Fat Globules, Homogenizers and Homogenization, Food Science.
- Rawle, A. Basic Principles of Particle Size Análisis, Malvern Intruments Limited, pp. 1-8 (2002).
- Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios. 1998; pp. 75-76.
- Spreer E., Lacto logia industrial, sexta edición Alemana, Acribia S. A., Zaragoza España, Pág. 32-42; 96-102, (1991).
- Tatterson, Gary B. and Calíbrese R., Process mixing: chemical and biochemical applications, American Institute of Chemical engineers, 1989.
- Torun, B., Menchu, M.T., Elías, L.G. Recomendaciones dietéticas del INCAP. Publicaciones INCAP Guatemala, pp.72-74 1994.
- Valdés-Buratti, L. A., Anaya, I., y Olaya, P. C. Guía para Seleccionar el Hidrocoloide Adecuado, Tecnología de Alimentos, Vol. 25, No. 4, México, pp. 16-22 (1993).

- Villamil A.R.M., Aproximación a la reología. Teoría, investigación y aspectos prácticos en alimentos, tesis licenciatura (ingeniero de alimentos), Cuatitlán, México D. F., Pág. 5-16; 193-221, (1987).
- Walstra, P., Genes, R. Química y Física lacto lógica. Acriba, Zaragoza, España 1987 pp.292-299.
- Wong, D. W. S. Química de los alimentos. Mecanismos y Teoría. Acribia, Zaragoza, España, pp. 44-46, (1995).
- WWW.Niro-Soavi.com. (Italia, homogenizer)
- WWW.Rayneri.com.

APENDICE 1

METODOLOGIAS EMPLEADAS PARA LOS PARAMETROS DE ESTUDIO

III.4 Parámetros de estudio

III.4.1 Vitamina C (método, proceso y fundamento)

- **METODO:** El método empleado para esta determinación fue el METODO OFICIAL AOAC 985.33 VIT C (reducción de ácido ascórbico) en formulas infantiles a base de leche y listas para tomarse. Método de titulación con 2,6-dicloroindofenol.
- **PROCESO:** El ácido ascórbico se estima por titulación de una reacción de oxidación-reducción colorida con el 2,6-dicloroindofenol. Se adiciona EDTA para eliminar interferencias de hierro y cobre.

Reactivos:

- A) Solución precipitante: disolver con agitación 15g de hojuelas de HPO_3 glacial en 40 ml de ácido acético glacial CH_3COOH y 150ml de agua destilada. Diluir a 250ml con agua y filtrar rápidamente a través de papel Whatman No. 541 en un frasco de 500ml. Disuelva con agitación 0.9g de EDTA en 200ml de agua y diluya a 250ml. Mezcle volúmenes iguales de HPO_3 y EDTA antes de ser utilizadas.
- B) Solución estándar de ácido ascórbico (1mg/ml). Pesar lo más exacto posible 50 ml del estándar de referencia USP de ácido ascórbico. Transferir a un matraz de 50ml y aforar con la solución precipitante. Preparar justamente antes de ser empleada en la valoración de la solución estándar de indofenol.
- C) Solución estándar de indofenol. Disuelva 0.0625g de la sal de sodio del 2,6-dicloroindofenol en 50ml de agua dentro de un matraz volumétrico de 250ml, al cual se le ha adicionado previamente 0.0525g de NaHCO_3 grado reactivo, agite vigorosamente y cuando se halla disuelto el colorante aforar a 250ml con agua destilada. Filtrar rápidamente y almacenar en refrigeración.
- D) Valoración de la solución estándar. Transferir tres alícuotas de 2.0ml de la solución de ácido ascórbico (B) cada una en un matraz de 50ml conteniendo 5ml de solución precipitante (A).

Usando una bureta de 25ml calibrada cada 0.05ml y con llave de teflón, titular rápidamente con la solución estándar de indofenol hasta que halla un vire a color rosa que persista durante 5 segundos (cada titulación debe de requerir aproximadamente 15ml). Titular tres blancos compuestos de 7ml de la solución precipitante mas 15ml de agua. El promedio del blanco es de 0.01ml.

Cálculo de los equivalentes del colorante:

Ácido ascórbico equivalente a un ml de solución estándar de indofenol = mg de ácido ascórbico/ (ml colorante-ml blanco) = 2 mg/ (ml colorante-ml titulación del blanco).

- E) Preparación de la muestra de ensayo. Pipetear de 25-30ml de la muestra de ensayo así como también el equivalente en volumen de la solución precipitante (A) en un matraz de 125ml. Designar el volumen total como V y el volumen de la alícuota de la muestra como E. filtrar a través de papel Whatman No.541. Designar a este filtrado como solución de ensayo.
- F) Determinación. Pipetear tres alícuotas de 10ml de la solución de ensayo cada una en un matraz Erlenmeyer de 50ml y titular con la solución estándar de indofenol. De la misma forma titular dos blancos compuestos del mismo volumen de la solución precipitante y agua equivalente a los ml de la solución estándar de indofenol usado en la titulación de la solución de ensayo. Titular con la solución estándar de indofenol hasta obtener el mismo color del punto final observado en la titulación de la alícuota del estándar.

mg ácido ascórbico / L formula lista para tomar = $(X-B) \times (F/E) \times (V/Y) \times 1000$

Donde:

X = promedio en ml de la titulación de la solución de ensayo.

B = promedio en ml de la titulación del blanco.

F = mg ácido ascórbico equivalentes al ml de la solución estándar de indofenol.

E = volumen de la alícuota de la muestra.

V = volumen de la solución de ensayo.

Y = volumen de la solución de ensayo titulada.

1000 = conversión de ml a L.

- **EQUIPO:** El equipo empleado fue material de laboratorio característico para realizar diluciones y titulaciones.
- **FUNDAMENTO:** Estimación del ácido ascórbico a través de titulación por medio de una reacción de oxidación-reducción colorida con el 2,6-dicloroindofenol. Adicionando además EDTA para la eliminación de interferencias de hierro y cobre.
- **CARACTERÍSTICAS:** La vit. C es la más sencilla de las vitaminas, es la más frágil de las vitaminas de la leche y es sensible a la oxidación, a las radiaciones y al calentamiento. El hombre no la puede sintetizar y sus necesidades son de 75 mg/día. La leche contiene poco ácido ascórbico (20 mg/lt.), esta cantidad mediocre es disminuida por las manipulaciones al aire y los tratamientos térmicos.

III.4.2 Viscosidad (método, equipo y fundamento)

- **METODO:** El método empleado para esta determinación fue el de cilindros concéntricos.
- **PROCESO:** Medir 16ml de la muestra (a determinar viscosidad) en el cilindro del adaptador UL del equipo. La muestra deberá de mantenerse en una temperatura aproximada a 20-22 °C; se debe de tener cuidado de que el equipo se encuentre en una superficie plana y bien centrado para eliminar errores por mala fricción entre los cilindros. La velocidad a la cual se estandarizará el valor de viscosidad será a 100rpm para todas las muestras. Montar el equipo ya con la muestra y después de 30 seg. de estar en marcha, tomar el valor mostrado en el tacómetro del equipo y multiplicarlo por el factor correspondiente para obtener finalmente la viscosidad en centipoise (cP) esta determinación se hace por triplicado para confirmación de resultados.

$$\text{Viscosidad} = [64 / (\text{rpm})] \times \%t$$

Donde:

N (rpm) = velocidad a la cual se trabaja el equipo (100rpm).

64 = factor de multiplicación para el adaptador UL de Brookfield.

%t = valor obtenido en el tacómetro del equipo a X rpm.

- **EQUIPO:** Se emplea un viscosímetro de cilindros concéntricos marca Brookfield modelo RVT (Adaptador UL)



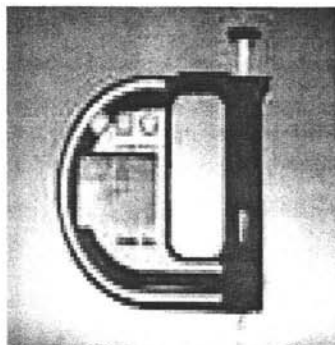
- **FUNDAMENTO:** Un viscosímetro de cilindros concéntricos consta de dos cilindros con un estrecho espacio entre ellos. Uno de los cilindros (el interno o el externo) está unido a un motor de velocidad variable. El fluido cuya viscosidad desea medirse se coloca en el hueco. Cuando este cilindro rota, se establece un gradiente de velocidad y el cilindro transmite un par de torsión al segundo cilindro, arrastrándolo tras sí. El aparato dispone de un sistema de medida de la fuerza o el par ejercido sobre el segundo cilindro. El fluido puede ser caracterizado en términos del par (en relación con la fuerza de cizalla) y la velocidad angular (relacionada con el gradiente de cizalla).
- **CARACTERÍSTICAS:** La viscosidad puede definirse de un modo sencillo como el rozamiento interno que actúa dentro de un fluido, esto es, su resistencia a fluir. La viscosidad es también una medida de la tasa de flujo y se expresa en $\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$ o en $\text{Pa} \cdot \text{s}$., antiguamente también en cP ($1\text{cP} = 1 \text{ centipoise} = 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$). La viscosidad disminuye con el aumento de la temperatura y también depende de la presión. En la industria alimentaria durante algunas operaciones la viscosidad puede

cambiar considerablemente, en particular en aquellos procesos que implican calentamiento, enfriamiento, homogenización y concentración.

III.4.3 Densidad (método, equipo y fundamento)

- **METODO:** El método empleado para esta determinación fue la concentración de elementos disueltos y en suspensión a través de un densímetro digital.
- **PROCESO:** Esta determinación consta principalmente del manejo del equipo el cual opera al contrario del uso de una jeringa de cirujano. Encender el equipo con las condiciones requeridas para la determinación de la densidad. Este equipo determina la densidad de las muestras basándose en la concentración de los elementos disueltos o en suspensión y de la proporción de materia grasa en la muestra tomando como base la densidad del agua. Tener la muestra completamente homogénea para eliminar factores que alteren el valor de densidad. Ya encendido el equipo tomar la muestra succionándola con el densímetro y tomar el valor presentado en la carátula, esta determinación se hace por triplicado para confirmación de resultados. Una vez que el equipo ha presentado el valor de densidad en g / ml registrar el valor obtenido y expulsar la muestra que se encuentra dentro del equipo, para su posterior lavado. El lavado del equipo se realiza haciendo varias veces el proceso de succión-expulsión con agua desionizada, hasta que el depósito de la muestra se observe completamente limpio.

- **EQUIPO:** El equipo empleado para esta determinación fue un densímetro digital marca DMA modelo 35N.



- **FUNDAMENTO:** La densidad de una sustancia esta determinada por dos factores externos y variables. La concentración de los elementos disueltos y en suspensión (sólidos no grasos); la densidad varía proporcionalmente a la concentración y la proporción materia grasa (cuando se incrementa el contenido de grasa disminuye la densidad), y cuando se aumentan las proteínas, la lactosa o las sales minerales se eleva la densidad. La densidad varía también con la temperatura.
- **CARACTERÍSTICAS:** La densidad se define como la relación entre masa y el volumen de un cuerpo o una sustancia. La densidad tiene importancia tecnológica cuando se pretende calcular el peso de la leche cruda requerido, cuando se investiga una posible adulteración de la leche y a la hora de normalizar automáticamente el contenido de materia grasa. También es un parámetro útil para determinar la cantidad de aguas residuales que contiene la mazada y en la elaboración de la leche condensada.

III.4.3 pH (método, equipo y fundamento)

- **METODO:** Determinación por medio de potenciómetro.
- **PROCESO:** La preparación de la muestra se prepara de acuerdo a las condiciones requeridas. Efectuar las determinaciones a $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ a menos de que se especifique otra cosa en la monografía de la muestra. Ajustar el aparato de acuerdo al fabricante, a continuación, lavar electrodo varias veces con agua destilada dejando que escurra el agua y secar con papel absorbente. Ajustar la temperatura con el control (solución de prueba). Enjuagar el electrodo con agua y secar. Posteriormente efectuar la determinación del pH. Repetir el procedimiento con una segunda muestra. La diferencia no debe ser mayor a 0.05.
- **EQUIPO:** El equipo empleado para esta determinación fue un potenciómetro digital marca OAKTON.



- **FUNDAMENTO:** Esta prueba se basa en la determinación de la actividad de iones hidrogeno, empleando un instrumento potenciométrico, con sensibilidad para reproducir valores de pH de 0.05 unidades usando un electrodo indicador al ión de hidrógeno como electrodo de vidrio y un electrodo de referencia apropiado, tal como el calomel cloruro de plata-plata. El aparato debe detectar el potencial en milivolts y en unidades de pH a través del par de electrodos. El pH se define convencionalmente como el logaritmo negativo de la actividad del ión hidrógeno (para las mediciones de pH, se utiliza ampliamente el electrodo de vidrio, porque da una respuesta inmediata a los cambios rápidos de las concentraciones de iones hidrógeno a un en soluciones poco reguladas).

- **CARACTERISTICAS:** La escala de pH es una serie de números que expresan el grado de acidez o de alcalinidad de una solución, en comparación de la cantidad total de ácido o base de algún material previamente determinado, por medio de una titulación acidimétrica o alcalinimétrica.

III.4.4 Microscopia (método, equipo y fundamento)

- **METODO:** El método empleado para microscopia es la observación del tamaño de molécula a través de un microscopio de campo claro.
- **PROCESO:** Se toma una gota de muestra y se suspende en un porta objeto, posteriormente se extiende y se tapa con un cubre objetos. Al momento de extender y tapar se debe tener cuidado de que no exista la presencia de aire entre el portaobjetos y el cubre objetos, ya que esto puede alterar la observación. Ya preparada la muestra se lleva al microscopio y se ajusta la misma al objetivo en el cual se pueda obtener la mejor resolución; cabe mencionar que si se requiere utilizar el objetivo de 100X, se debe de agregar el aceite de inmersión para evitar dañar el lente. Después de obtener el enfoque de la muestra se captura y se lleva a un formato en el cual se pueda hacer una comparación de diferentes muestras.
- **EQUIPO:** El equipo empleado para esta determinación fue un microscopio óptico de campo claro digital, marca OLIMPUS modelo BX-45 y solamente se ocupó el objetivo de 100X (utilizando el aceite de inmersión).



- **FUNDAMENTO:** Las muestras se visualizan gracias a la diferencia de contraste que existe entre ellas y el medio que las rodea. Las diferencias de contraste se producen porque las células absorben o dispersan la luz en diferentes grados.
- **CARACTERISTICAS:** El microscopio óptico ha sido una herramienta básica para el desarrollo de la ciencia, y sigue siendo una herramienta básica en la investigación. Todos los microscopios utilizan lentes para aumentar la imagen del tamaño de las estructuras que se examinan, y permitir así observar sus detalles.

III.4.4 Cremado (método, proceso y equipo)

- **METODO:** El método empleado para esta determinación fue el desnatado a través de un proceso mecánico, el cual permite la formación de cremado dentro de la muestra.
- **PROCESO:** se colocan 15ml de la muestra de estudio en un tubo de centrifuga (esto se hace por duplicado para cada muestra), los tubos se calientan 5 minutos a 45 °C, se centrifugan a 3980 rpm /30 minutos / 40 °C. una vez transcurrido el tiempo se sacan los tubos y se mide la altura del cremado formado. El porcentaje en volumen se obtiene con la siguiente formula:

$$\% \text{ Cremado (V/V)} = [(\pi \times r^2 \times h) / 15] \times 100$$

Donde:

r = radio interior del tubo de centrifuga (0.75 cm).

h = altura del cremado en centímetros.

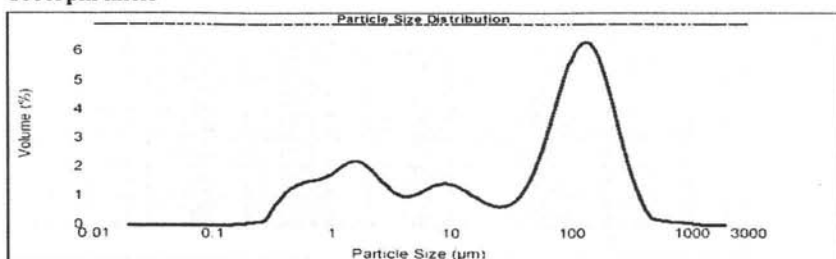
- **EQUIPO:** El equipo empleado para esta determinación fue una centrifuga especial para determinación de grasa con una velocidad constante de 3980 rpm.



APENDICE 2

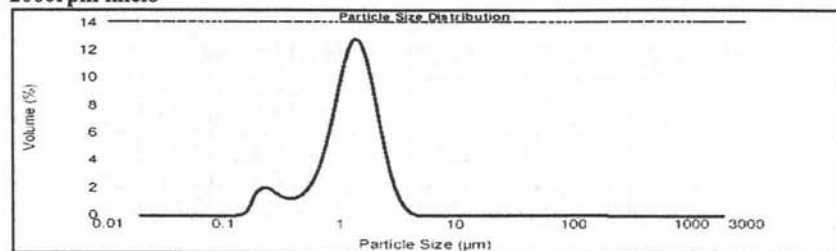
***GRAFICAS DE RESULTADOS
OBTENIDAS PARA EL
TAMAÑO DE PARTICULA DE
LAS MUESTRAS ANALIZADAS***

Tamaño de partícula de Formulaciones realizadas en Rotor-Estator y comparación entre ellas mismas, tomando en cuenta los tiempos iniciales y finales.
1000rpm inicio



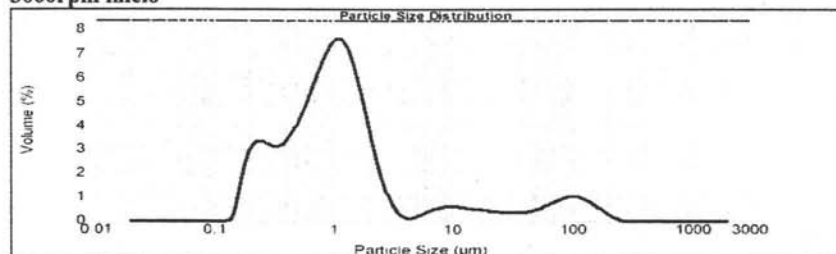
gráfica 1

2000rpm inicio



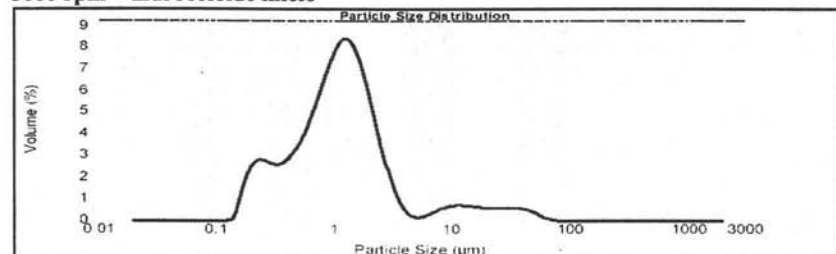
gráfica 2

3000rpm inicio



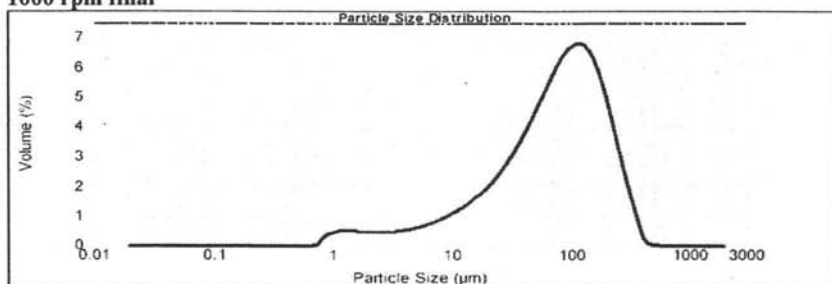
gráfica 3

3000 rpm + hidrocoloide inicio



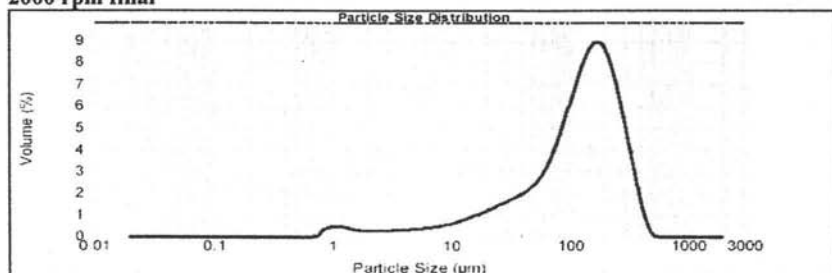
gráfica 4

1000 rpm final



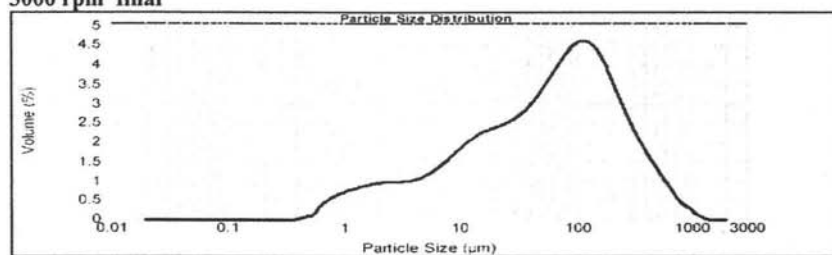
gráfica 5

2000 rpm final



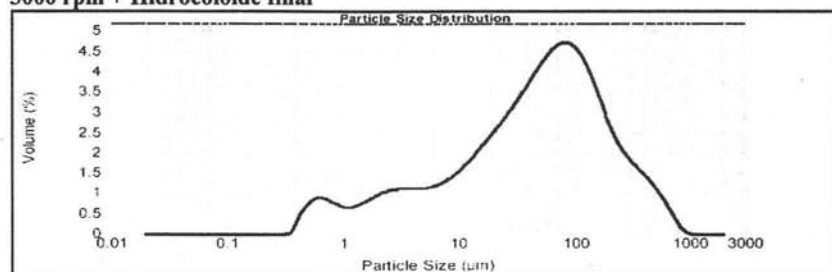
gráfica 6

3000 rpm final



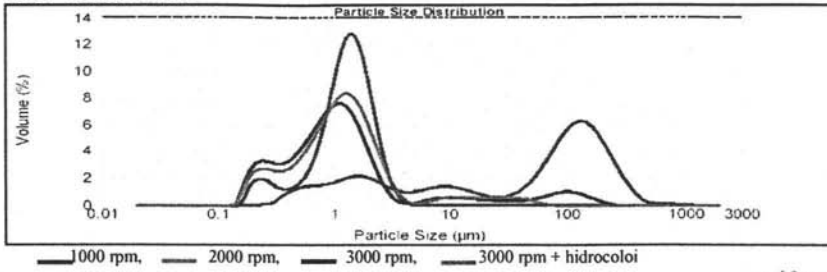
gráfica 7

3000 rpm + Hidrocoloide final



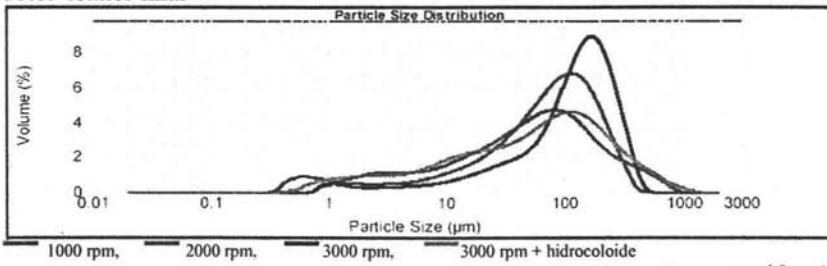
gráfica 8

rotor-estator inicio



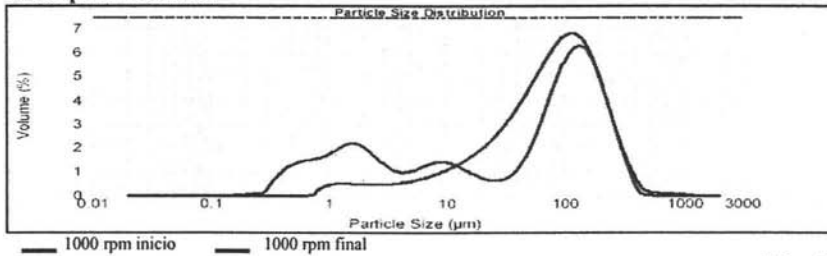
gráfica 9

rotor-estator final



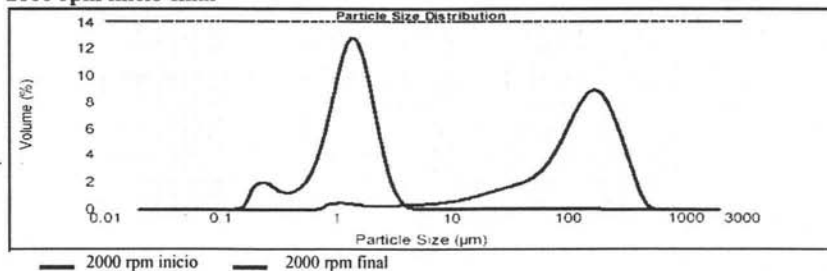
gráfica 10

1000 rpm inicio-final



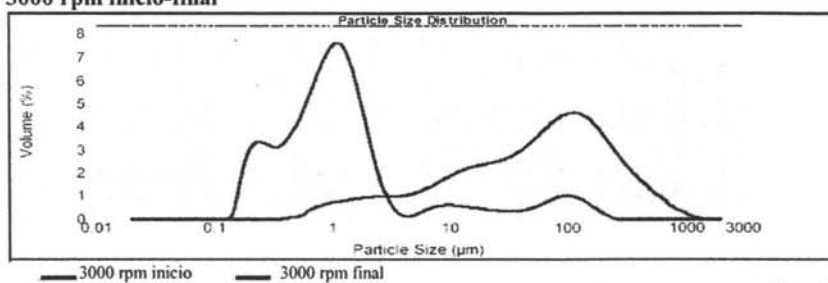
gráfica 11

2000 rpm inicio-final



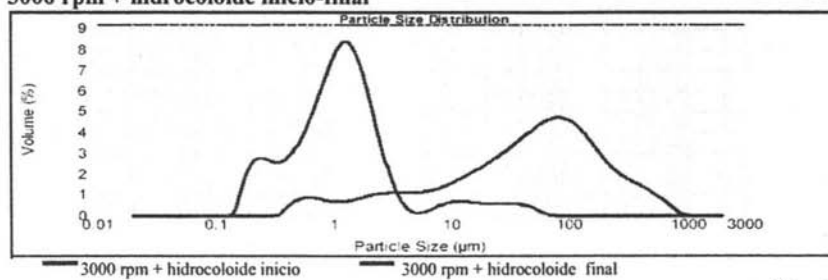
gráfica 12

3000 rpm inicio-final



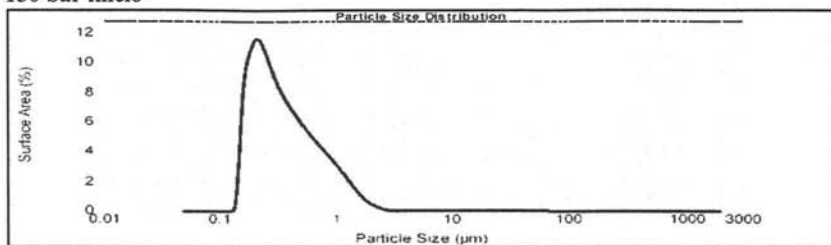
gráfica 13

3000 rpm + hidrocoloide inicio-final



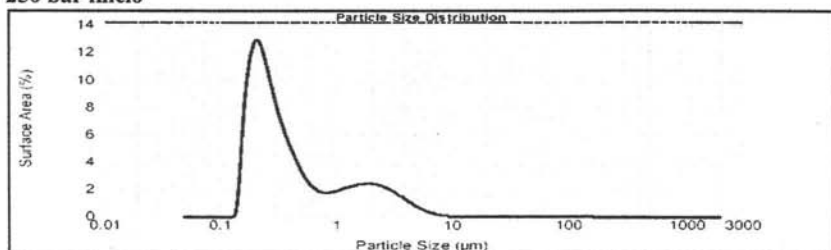
gráfica 14

Tamaño de partícula de Formulaciones realizadas en Homogenizador de Pistón y comparación entre ellas mismas, tomando en cuenta los tiempos iniciales y finales.
150 bar inicio



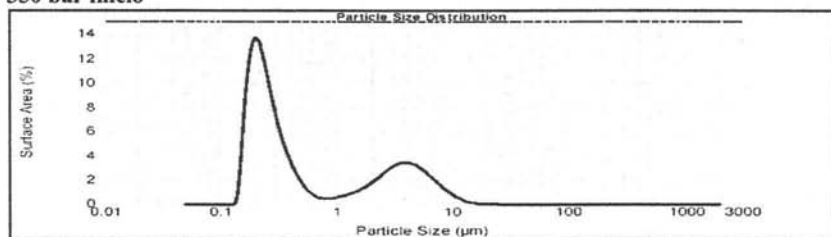
gráfica 15

250 bar inicio



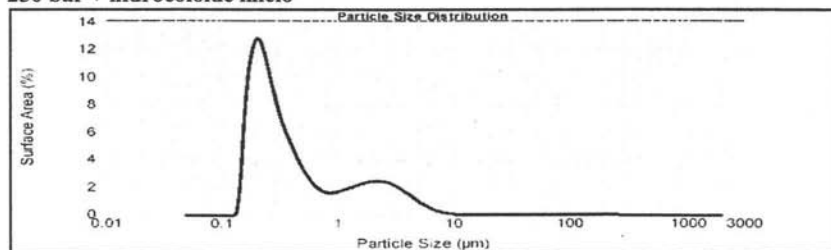
gráfica 16

350 bar inicio



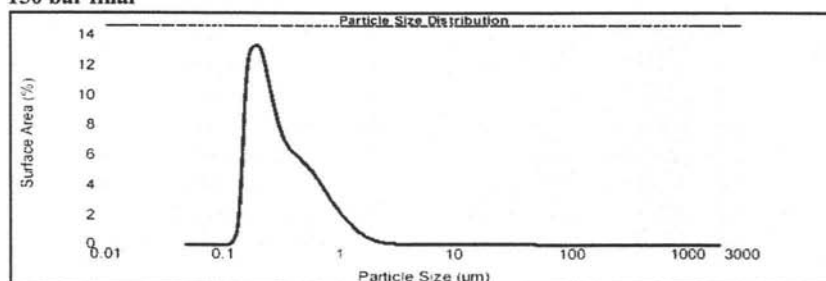
gráfica 17

250 bar + hidrocoloide inicio



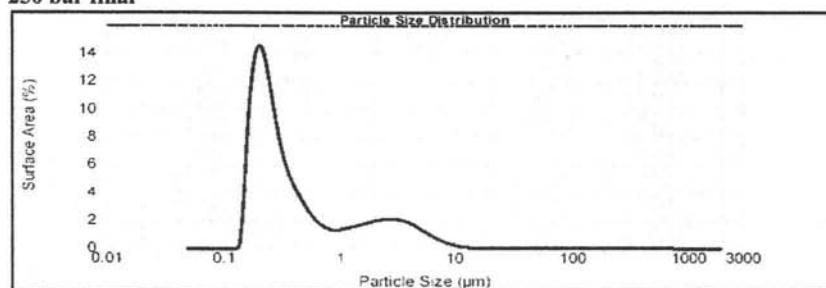
gráfica 18

150 bar final



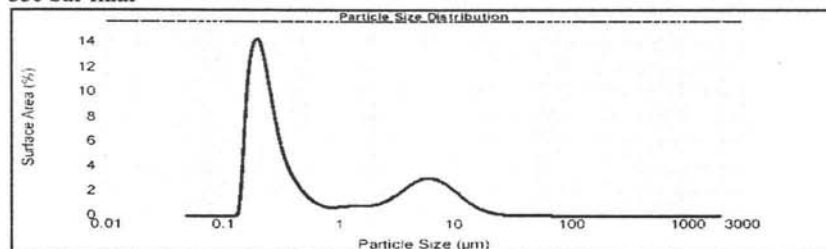
gráfica 19

250 bar final



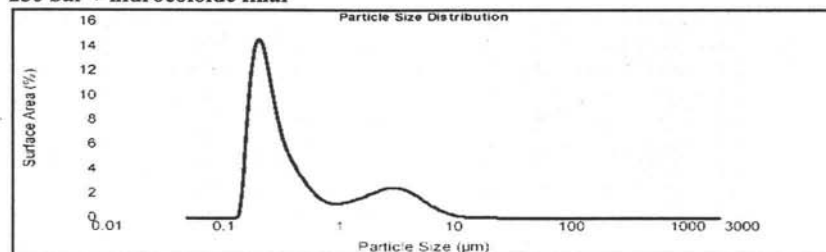
gráfica 20

350 bar final



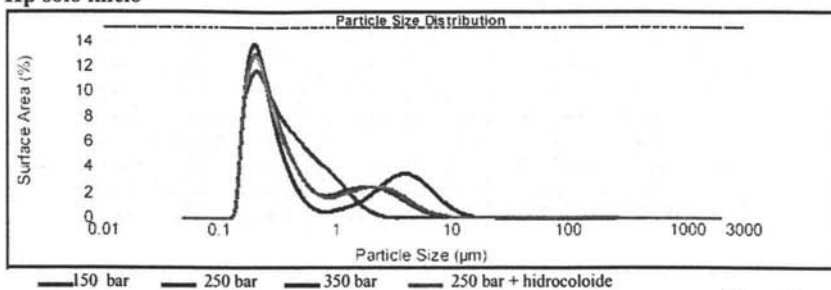
gráfica 21

250 bar + hidrocoloide final



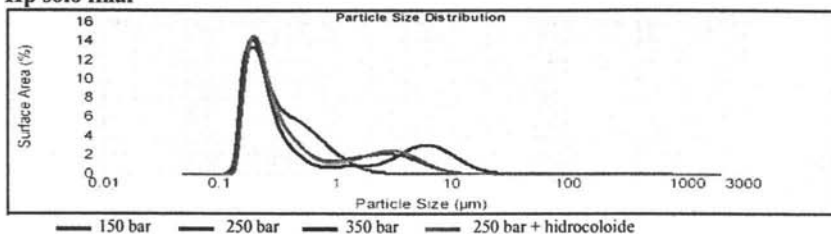
gráfica 22

Hp solo inicio



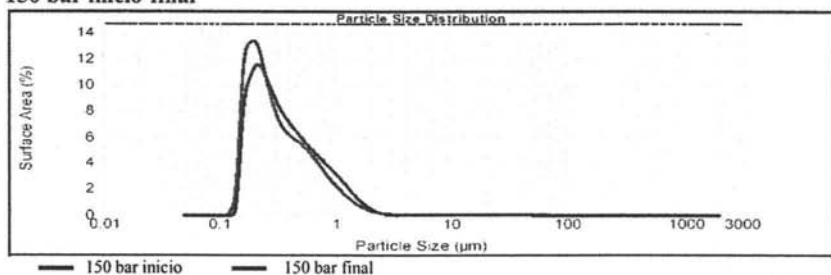
gráfica 23

Hp solo final



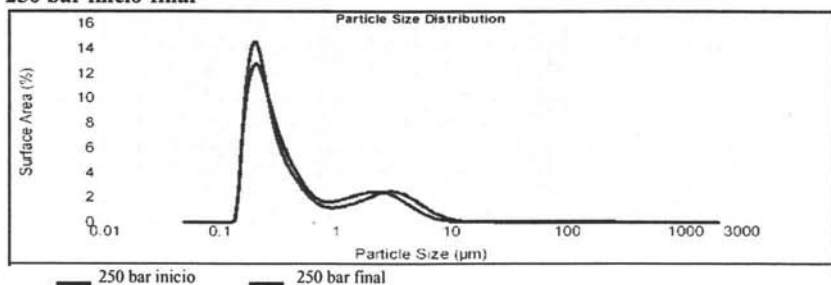
gráfica 24

150 bar inicio-final



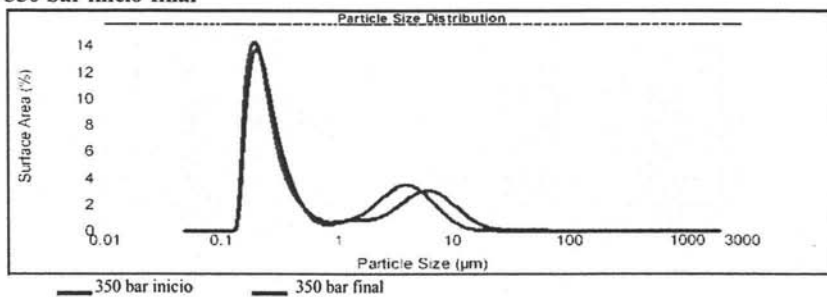
gráfica 25

250 bar inicio-final



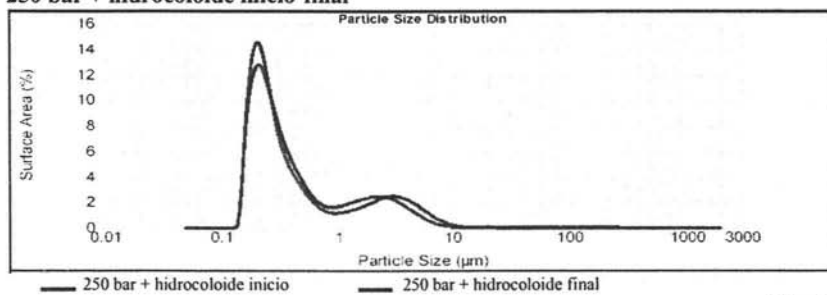
gráfica 26

350 bar inicio-final



gráfica 27

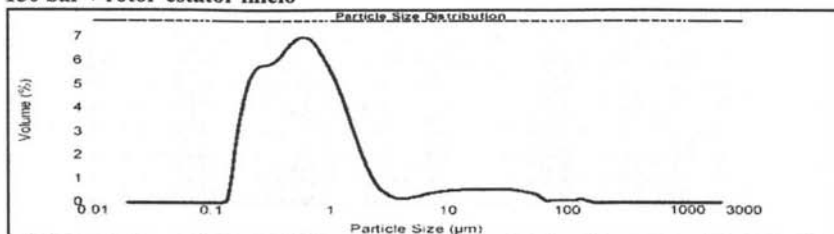
250 bar + hidrocoloide inicio-final



gráfica 28

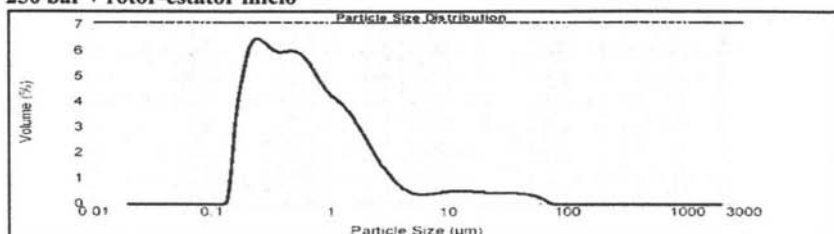
Tamaño de partícula de Formulaciones realizadas en Homogenizador de Pistón en combinación con Rotor-Estator (3000 rpm / 3 Min.) y comparación entre ellas mismas, tomando en cuenta los tiempos iniciales y finales.

150 bar + rotor-estator inicio



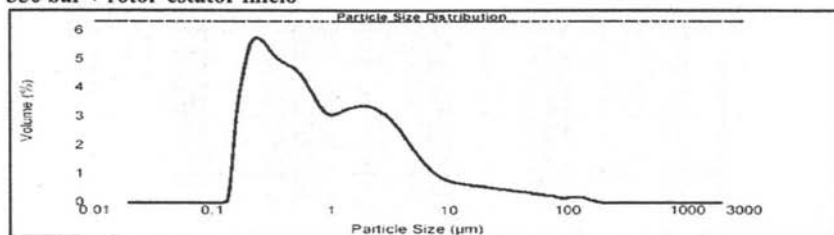
gráfica 29

250 bar + rotor-estator inicio



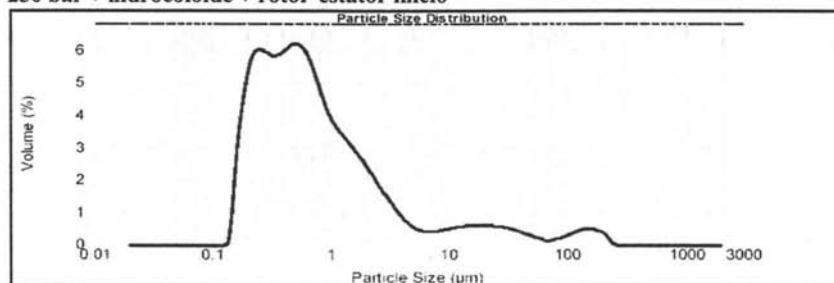
gráfica 30

350 bar + rotor-estator inicio



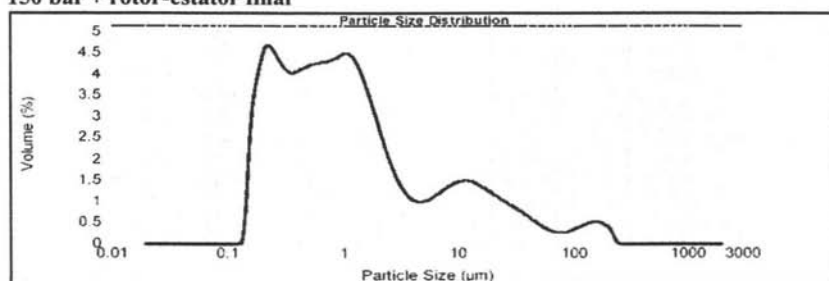
gráfica 31

250 bar + hidrocoloide + rotor-estator inicio



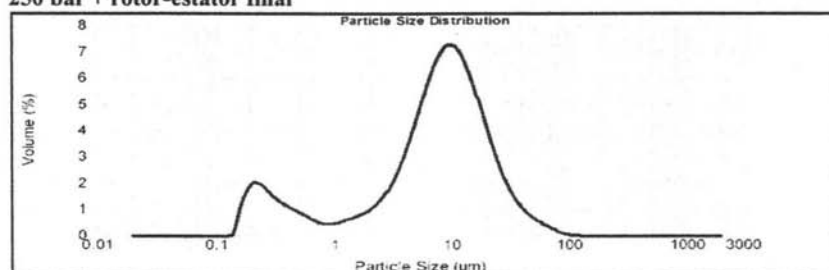
gráfica 32

150 bar + rotor-estator final



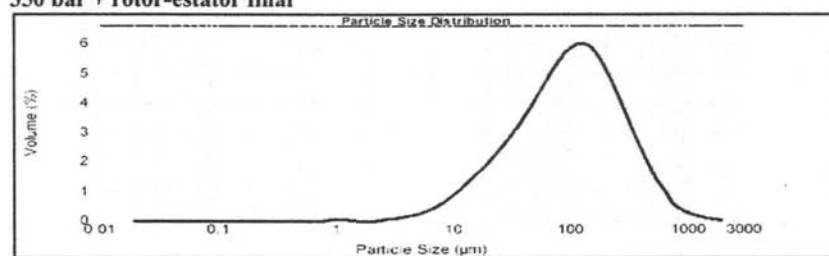
gráfica 33

250 bar + rotor-estator final



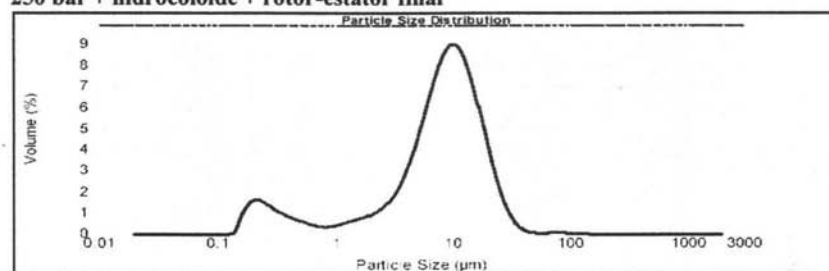
gráfica 34

350 bar + rotor-estator final



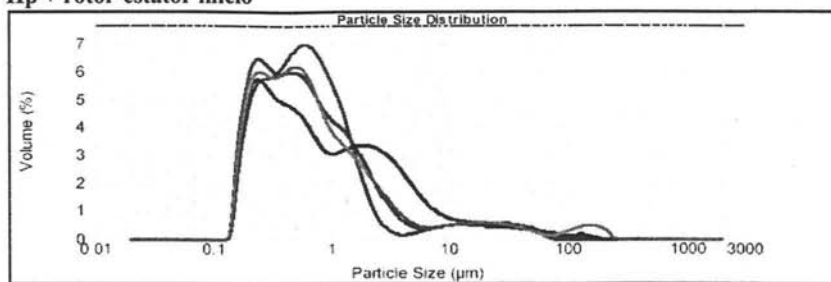
gráfica 35

250 bar + hidrocoloide + rotor-estator final



gráfica 36

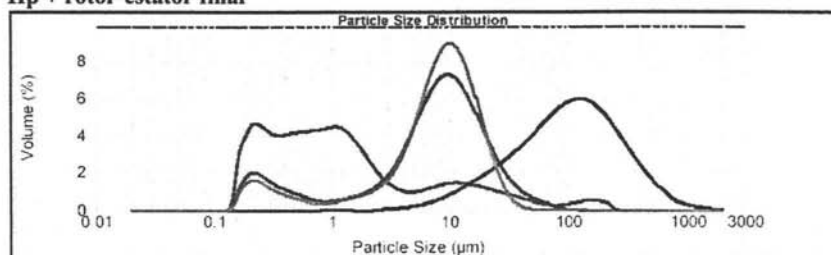
Hp + rotor-estator inicio



— 150bar + 3000rpm/3min, - - 250bar + 3000rpm/3min, . . . 350bar + 3000rpm/3min, - . 250bar+hidro+3000..

gráfica 37

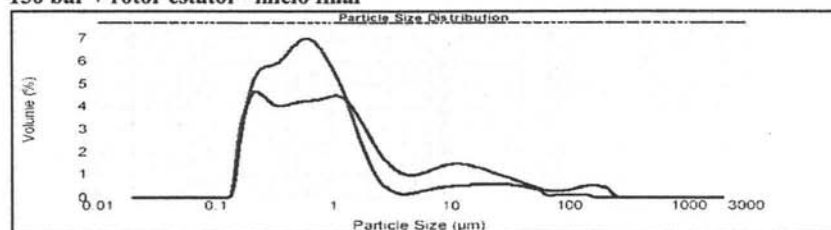
Hp + rotor-estator final



— 150bar + 3000rpm/3min, - - 250bar + 3000rpm/3min, . . . 350bar + 3000rpm/3min, - . 250bar+hidro+3000..

gráfica 38

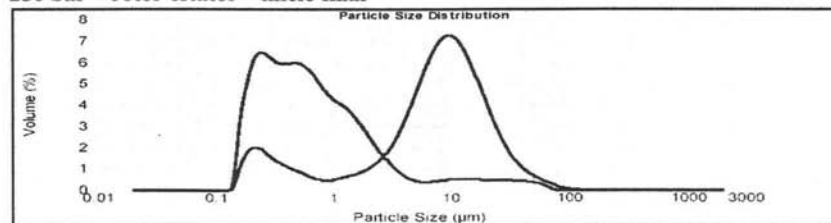
150 bar + rotor estator - inicio final



— 150bar + 3000rpm/3min inicio, - - 150bar + 3000rpm/3min final

gráfica 39

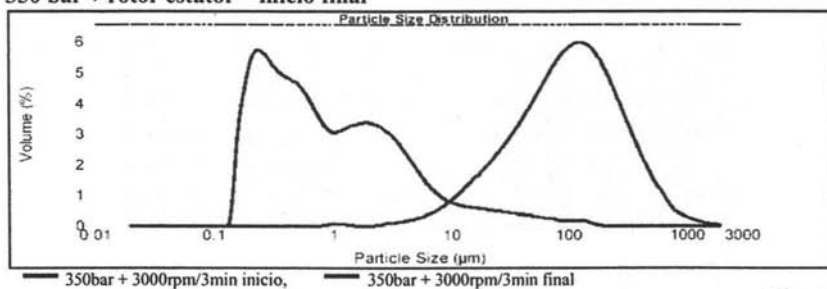
250 bar + rotor estator - inicio final



— 250bar + 3000rpm/3min inicio, - - 250bar + 3000rpm/3min final

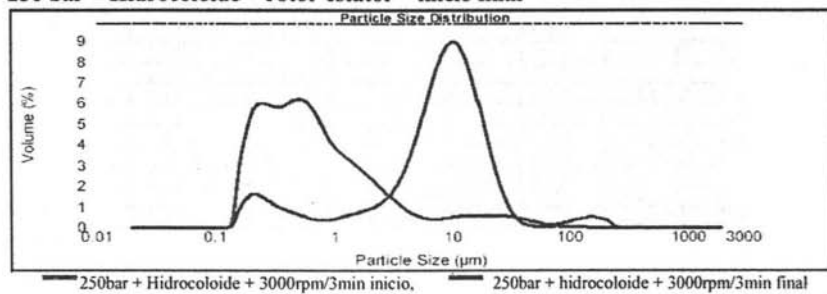
gráfica 40

350 bar + rotor estator – inicio final



gráfica 41

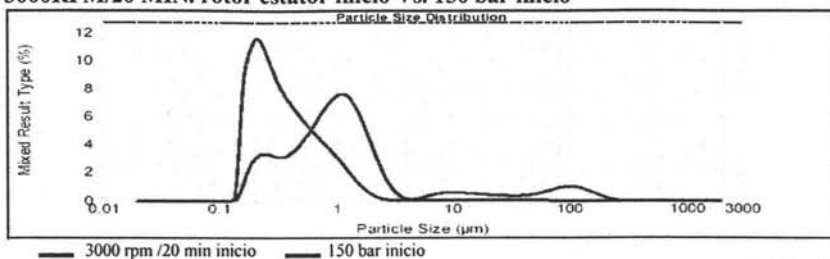
250 bar + Hidrocoloide + rotor estator – inicio final



gráfica 42

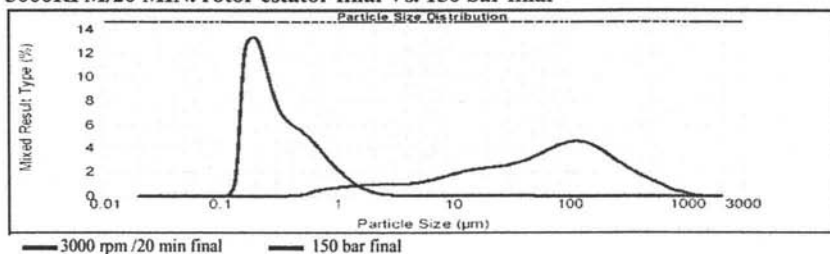
Comparación de la mejor formulación en Rotor-Estator (3000RPM / 20 MIN), contra todas las formulaciones en Homogenizador de Pistón a todas las presiones (considerando los tiempos inicio y final).

3000RPM/20 MIN. rotor estator inicio Vs. 150 bar inicio



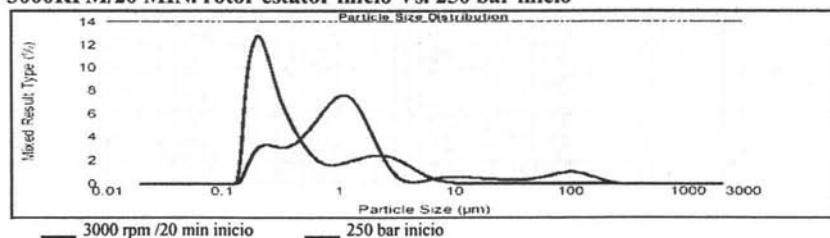
gráfica 43

3000RPM/20 MIN. rotor estator final Vs. 150 bar final



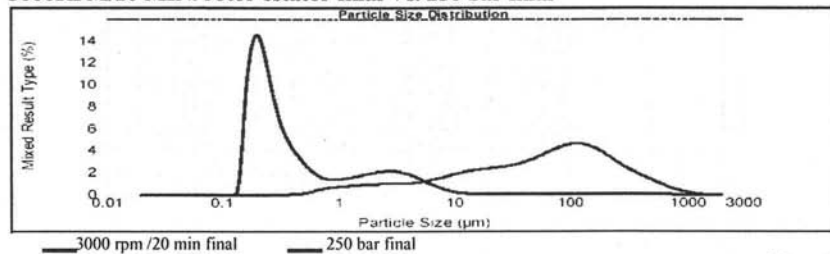
gráfica 44

3000RPM/20 MIN. rotor estator inicio Vs. 250 bar inicio



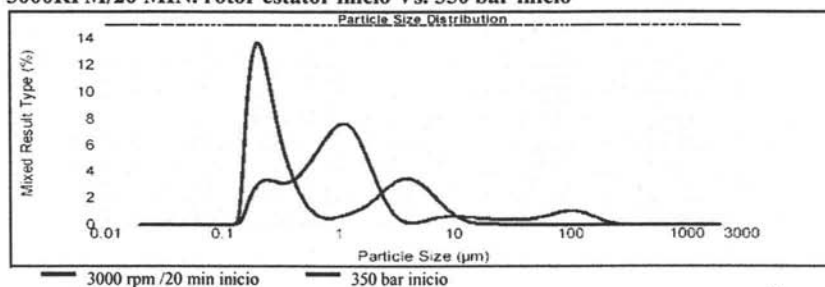
gráfica 45

3000RPM/20 MIN. rotor estator final Vs. 250 bar final



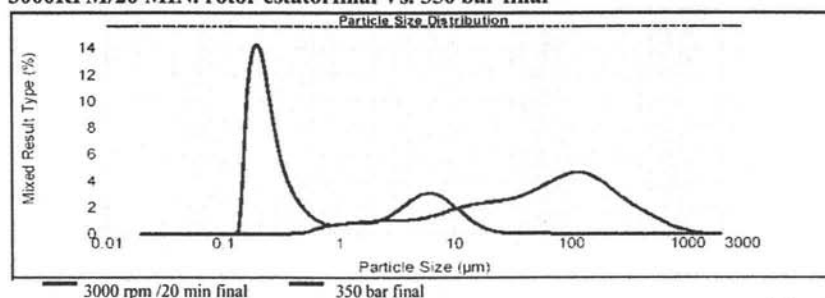
gráfica 46

3000RPM/20 MIN. rotor estator inicio Vs. 350 bar inicio



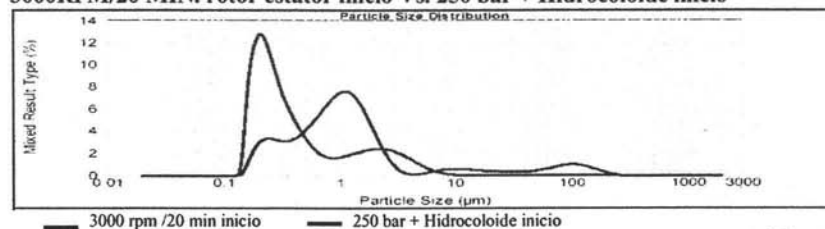
gráfica 47

3000RPM/20 MIN. rotor estator final Vs. 350 bar final



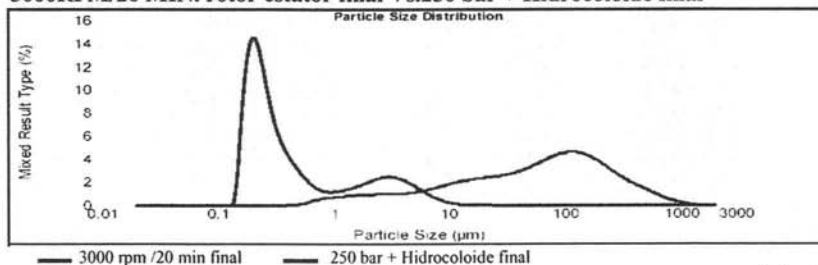
gráfica 48

3000RPM/20 MIN. rotor estator inicio Vs. 250 bar + Hidrocoloide inicio



gráfica 49

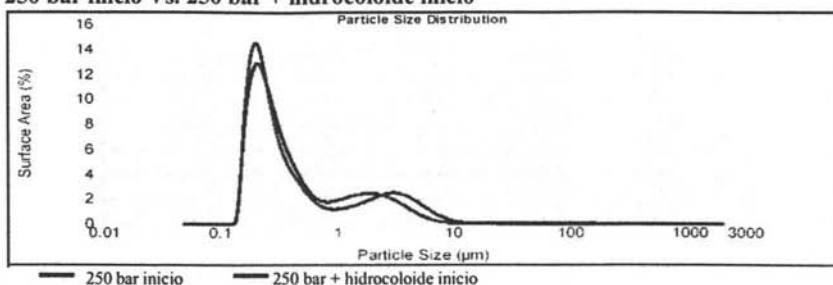
3000RPM/20 MIN. rotor estator final Vs.250 bar + Hidrocoloide final



gráfica 50

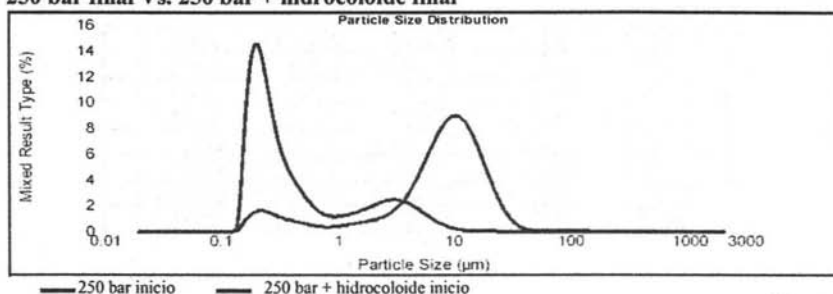
Comparación de 250 BAR Vs. 250 BAR + Hidrocoloide, ambas elaboradas solamente en Homogenizador de Pistón, (considerando las etapas inicio y final).

250 bar inicio Vs. 250 bar + hidrocoloide inicio



gráfica 51

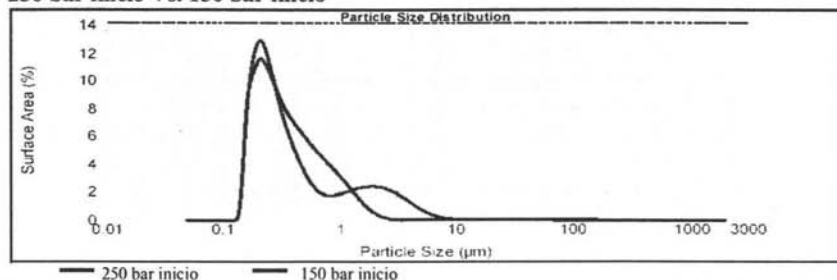
250 bar final Vs. 250 bar + hidrocoloide final



gráfica 52

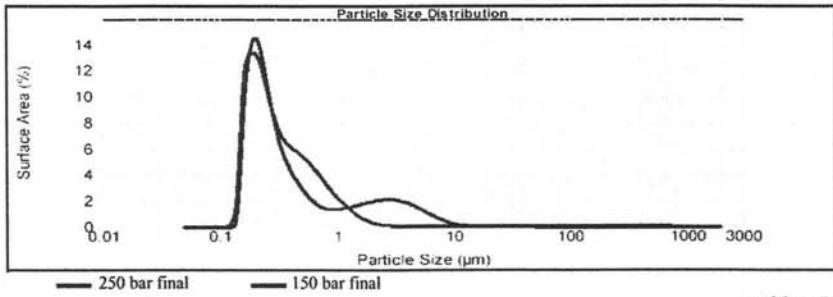
Comparación de las dos mejores formulaciones: 150 bar Y 250 bar elaboradas solamente en Homogenizador de Pistón.

250 bar inicio Vs. 150 bar inicio



gráfica 53

250 bar final Vs. 150 bar final



gráfica 54