



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

**EFFECTO DE LA TEMPERATURA EN EL
COMPORTAMIENTO REOLÓGICO DE CREMAS
LÁCTEAS COMERCIALES**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERA EN ALIMENTOS

P R E S E N T A:

GABRIELA GONZÁLEZ GUADARRAMA

ASESORAS:

DRA. LAURA PATRICIA MARTÍNEZ PADILLA

I.B.Q. NORMA BEATRIZ CASAS ALENCÁSTER

CUAUTITLÁN IZCALLI, EDO. MÉX.

2015



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.

ÍNDICE GENERAL

	Página
Índice de cuadros	iii
Índice de figuras	iv
Resumen	1
Introducción	2
Capítulo I. Antecedentes	5
1.1 Crema láctea	5
1.1.1 Glóbulos grasos de la crema láctea	7
1.1.2 Inestabilidad de la crema láctea	9
1.1.3 Proceso de elaboración de la crema láctea	12
1.1.4 Características de la crema láctea	14
1.1.4.1 Aspectos nutritivos	14
1.1.4.2 Ingredientes de la crema láctea	17
1.2 Reología	17
1.2.1 Comportamiento reológico de los materiales	21
1.2.2 Caracterización reológica de materiales viscoelásticos	29
1.2.3 Factores que determinan la reología de las emulsiones	32
1.2.4 Reología de la crema láctea	36
Capítulo II. Metodología de la investigación	39
2.1 Objetivos	39
2.2. Materiales y métodos	39
2.2.1 Materiales	39
2.2.2 Métodos	40
2.2.3 Tratamiento estadístico	42
Capítulo III. Análisis de resultados	43
3.1. Tamaño de partícula	43
3.1.1 Crema A	43
3.1.2 Crema B	46

3.2. Caracterización reológica bajo cizalla oscilatoria	49
3.2.1 Crema A	49
3.2.2 Crema B	51
3.3 Caracterización reológica bajo cizalla rotacional	54
3.3.1 Ascenso-Descenso de velocidad de cizalla	54
3.3.2 Barrido de esfuerzo de cizalla	60
3.3.3 Precizallamiento, seguido de descenso-ascenso de velocidad de cizalla	64
Conclusiones	69
Referencias	71

ÍNDICE DE CUADROS

	Página
1.1 Composición química de la leche y de la crema láctea.	14
1.2 Composición de la grasa de la leche.	16
1.3 Composición de ácidos grasos de la grasa de la leche.	16
1.4 Propiedades físicas de la materia grasa.	16
1.5 Porcentaje de caseínas en la crema.	17
2.1 Ingredientes de las diferentes cremas de estudio.	40
3.1 Valores promedio de la moda poblacional, antes y después de aplicar cizallamiento mecánico, con y sin ultrasonido, a 5, 25 y 60°C de la crema A.	46
3.2 Valores promedio de la moda poblacional, antes y después de aplicar cizallamiento mecánico, con y sin ultrasonido, a 5, 25 y 60°C de la crema B.	48
3.3 Parámetros reológicos y modelos de media crema A a 5, 25 y 60°C.	57
3.4 Parámetros reológicos del modelo Herschel-Bulkley y Potencia de la crema B a 5, 25 y 60°C.	60
3.5 Valores de esfuerzo de cedencia de la crema A y B a distintas temperaturas.	63
3.6 Parámetros reológicos de la crema A.	67
3.7 Parámetros reológicos de la crema B.	68

ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
1.1 Curva gaussiana de distribución de glóbulos grasos en leche expresada como porcentaje en grasa total / diámetro de partículas en micrómetros.	7
1.2 Distribución del tamaño de partícula en crema láctea.	8
1.3 Diferentes formas de agregación de los glóbulos grasos.	9
1.4 Diversos tipos de inestabilidad de las emulsiones.	10
1.5 Diagrama de proceso de la crema láctea pasteurizada.	13
1.6 Esfuerzos ejercidos, de tipo extensional, de cizalla o de compresión.	20
1.7 Clasificación del comportamiento reológico.	22
1.8 Desplazamiento de un fluido entre dos placas.	22
1.9 Curvas de flujo y viscosidad de diferentes modelos reológicos.	24
1.10 Curva de flujo característica de un comportamiento tixotrópico y antitixotrópico.	27
1.10 Comportamiento representativo de fluidos dependientes del tiempo manteniendo constante la velocidad de cizalla.	28
1.11 Curvas típicas obtenidas en una prueba de relajación.	29
1.12 Variación de la frecuencia y la amplitud en una prueba dinámica.	30
1.13 Arreglo de partículas en sistemas dispersos.	32
1.14 Ampliación de la microestructura del glóbulo de grasa en la crema láctea.	35
3.1 Distribución del tamaño de partícula de la crema A a 5°C.	43
3.2 Distribución de tamaño de partícula para la crema A a 5°C cizallada sin ultrasonido.	44
3.3 Distribución de tamaño de partícula para la crema láctea B a 5°C.	46
3.4 Distribución de tamaño de partícula para la crema láctea B a 5°C con ultrasonido.	47
3.5 Espectro mecánico de crema A a 5 °C.	50
3.6 Espectro mecánico de crema A a 25 °C.	51

3.7	Espectro mecánico de crema B a 5 °C.	51
3.8	Espectro mecánico de crema B a 25 °C.	52
3.9	Espectro mecánico de crema B y A a 5 °C.	53
3.10	Espectro mecánico de crema B y A a 25°C.	54
3.11	Curva de flujo de crema A a 5°C.	55
3.12	Curva de flujo de media crema A a 5, 25 y 60°C.	56
3.13	Curva de flujo de crema B a 5°C.	58
3.14	Curva de flujo de media crema B a 5, 25 y 60°C.	59
3.15	Barrido de esfuerzo de cizalla aplicado a la crema A a 25°C.	61
3.16	Barrido de esfuerzo de cizalla aplicado a la crema A a 5, 25 y 60°C.	61
3.17	Barrido de esfuerzo de cizalla aplicado a la crema B a diferentes temperaturas.	62
3.18	Curva de viscosidad en función del tiempo de cizallamiento a una velocidad constante de 1000 s ⁻¹ de la crema A a 5 y 25°C.	64
3.19	Curva de viscosidad en función de la velocidad de cizalla de la crema A a 5 y 25°C.	65
3.20	Curva de viscosidad en función de la velocidad de cizalla de la crema B a 5 y 25°C.	65
3.21	Curva de flujo de crema A a 5 y 25°C.	66
3.22	Curva de flujo de crema B a 5 y 25°C.	67

RESUMEN

Se realizó el estudio reológico de dos cremas lácteas comerciales, con un contenido de grasa láctea del 20%. Se evaluó el efecto que tiene la temperatura y el cizallamiento (1000 s^{-1}) a 5, 25 y 60°C sobre las propiedades reológicas de la emulsión en estudio. Se realizaron pruebas de tamaño de partícula, con el fin de determinar la homogeneidad de las cremas lácteas, obteniendo distribuciones de tamaño mono, bi y multimodal, resultado de la medición con y sin la aplicación de cizallamiento y con y sin la aplicación de ultrasonido a las diferentes temperaturas de estudio. Los valores de tamaño de partícula más pequeños se obtuvieron en condiciones de almacenamiento a temperatura baja (5°C), en muestras cizalladas y con la aplicación de ultrasonido, confirmando la presencia de agregados. Las cremas lácteas presentaron comportamiento viscoelástico con predominio de la componente elástica; la crema A mostró propiedades reológicas de un sistema más estructurado al compararla con la crema B a baja temperatura. Las curvas de flujo obtenidas con el ascenso-descenso de velocidad de cizalla, se ajustaron a modelos para describir el comportamiento reológico aproximado. En condiciones de flujo las cremas lácteas mostraron un comportamiento no newtoniano de tipo fluidificante y tixotrópico. A baja temperatura el modelo Herschel-Bulkley, ajustado a la curva de ascenso de velocidad de cizalla, puso en evidencia la existencia de un esfuerzo requerido para fluir, denominado esfuerzo de cedencia (σ_0), el modelo de la potencia describió las curvas de ascenso-descenso de velocidad de cizalla de las cremas a 25 y 60°C . Se aplicó un barrido de esfuerzo de cizalla para determinar el σ_0 por otro método, midiendo la deformación respectiva y la pérdida de linealidad entre ambas variables. Se aplicó un cizallamiento constante (1000 s^{-1}) y se midió la viscosidad en función del tiempo, seguido de la obtención de la curva de flujo, en estas condiciones se determinaron los parámetros reológicos alcanzando el equilibrio (sin dependencia del tiempo de cizallamiento). Se encontró que los módulos elástico y viscoso, la tixotropía, así como los parámetros reológicos que definen las pruebas de flujo, esfuerzo de cedencia e índice de consistencia, disminuyeron al aumentar la temperatura de prueba, y a pesar de tener contenido de lípidos semejante, las propiedades fueron distintas.

INTRODUCCIÓN

Las emulsiones alimenticias, se definen como dispersiones coloidales donde la fase dispersa (glóbulos de grasa o aceite) se mantiene distribuida en la fase continua (McClements, 2005). La crema láctea es una emulsión termodinámicamente inestable, tipo aceite en agua, cuya fase lipídica está distribuida en pequeñas gotas rodeadas por una película de proteínas lácteas y/o emulsificantes de bajo peso molecular, a través de la cual limita con la fase continua (leche desnatada), que a su vez es un sistema coloidal, que contiene proteínas lácteas (caseínas, albúminas y globulinas), minerales, sales, vitaminas, enzimas y azúcares (lactosa) (Alais, 2003).

La Dirección General de Normas define a las cremas lácteas como el producto terminado en el que se ha reunido una fracción de grasa y sólidos no grasos de la leche, ya sea por reposo, centrifugación o reconstitución, sometida a pasteurización y cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad, permitiendo la adición de emulsificantes (lecitina, mono y diglicéridos y sus derivados) y estabilizantes (goma guar, carragenina, carboximetilcelulosa, algarrobo, gelana, xantana) (NOM-243-SSA1-2010).

Las cremas lácteas se pueden clasificar con respecto al contenido de grasa en: crema extra-grasa, crema espesa, crema ligera y media crema, esta última debe tener un contenido mínimo de 20% de grasa de leche y un máximo de 30%, y no menos de 6% de sólidos no grasos de leche (Walstra, 2001), siendo el producto de estudio seleccionado.

Para la elaboración de la crema láctea, se inicia con la centrifugación de la leche, obteniendo la grasa láctea, se realiza un mezclado y adición de emulsificantes, estabilizantes, así como otros ingredientes de acuerdo con el tipo de producto requerido.

Se somete a un homogeneizado llevándose a cabo la aportación de energía al sistema, de manera que al disminuir el tamaño del glóbulo aumente la superficie

de contacto entre las dos fases y se forme la zona de interfase donde se sitúa el emulsificante, lo anterior favorece a un estado de equilibrio entre ambas fases, mediante dos mecanismos: disminución de la tensión en la interfase y otorgamiento de rigidez a la película que rodea las gotas (Márquez y col., 2005a). Después se pasteuriza, enfría y envasa asépticamente.

En el proceso de elaboración, como durante su manejo y consumo, la crema láctea es sometida a temperaturas bajas (refrigeración) y a temperaturas altas (pasteurización o ultra pasteurización), que tienen también una notable influencia en el comportamiento reológico. En refrigeración, parte de la fase lipídica puede cristalizar lo que convierte al sistema en semisólido, mientras que a temperaturas altas, esta fase funde y el sistema se vuelve más fluido, pudiendo ocurrir desnaturalización de las proteínas lácteas (durante el proceso térmico), lo cual también tiene impacto en la reología de la crema (Márquez y col., 2005b).

También se ha reportado que la fluctuación térmica durante el transporte y almacenamiento es un factor que afecta negativamente la estabilidad de la crema líquida, debido a que una elevación temporal de la temperatura induce un incremento de su viscosidad y a la solidificación de la crema después de un nuevo enfriamiento. Este aumento de consistencia después del enfriamiento tiene lugar sólo cuando la crema se expone a temperaturas en las cuales la grasa sólida se funde parcialmente, mientras que las cremas permanecen líquidas si la fusión de la grasa es total (Márquez y col., 2005c). La coalescencia parcial es el mecanismo por el cual se produce el incremento de la viscosidad de la crema sometida a fluctuaciones de temperatura.

Además del efecto de la temperatura en las propiedades reológicas de la crema láctea, y el proceso de obtención, existen otros factores que las afectan, dentro de los cuales se considera: la concentración de glóbulos, el tipo de hidrocoloide adicionado, emulsificantes naturales o adicionados y las interacciones entre ellos (Sánchez y col., 2000), y de allí su dificultad para la caracterización reológica.

El estudio del comportamiento reológico de cremas lácteas es importante, ya que a bajas deformaciones (pruebas fundamentales), proporciona información acerca de la estructura, estados de agregación de los glóbulos y de las fuerzas de interacción interpartícula; mientras que a grandes deformaciones, es útil para la manufactura de productos, así como el control de calidad en determinadas etapas del proceso de elaboración, envasado y almacenamiento (Tabilo y Barbosa-Cánovas, 2005).

Considerando que la crema láctea es un sistema complejo, difícil de caracterizar y que hasta la fecha no existen suficientes datos reológicos como base que permitan decidir cuál es la técnica adecuada a emplear dependiendo de la aplicación reológica deseada, el objetivo de este estudio es la utilización de diferentes técnicas reológicas para la caracterización de cremas lácteas comerciales (20% de grasa láctea) sometidas a tres diferentes temperaturas y con distintas condiciones de cizallamiento, que puede tener efecto de provocar la floculación o separar agregados.

CAPÍTULO I. ANTECEDENTES

1.1. Crema láctea

La crema es un derivado lácteo que tiene importancia como alimento por la grasa que contiene, nutricionalmente esta grasa es necesaria porque es un medio de transporte al organismo humano de vitaminas liposolubles, como son las vitaminas A, D y E principalmente, en cuanto a su valor energético es equivalente al de otras grasas y aceites vegetales (Walstra y Jenness, 1991).

La crema es la parte especialmente rica en grasa de la leche, obtenida por descremado natural (efecto de la fuerza de gravedad) o por centrifugación de leche entera. Al tener los glóbulos grasos una densidad inferior a la del líquido en el que se encuentran emulsificados, tienden a elevarse hacia la superficie, donde forman una capa llamada crema o nata. El desnatado espontáneo está dado por efecto de la gravedad y a nivel industrial la crema se obtiene, también por aplicación de la fuerza centrífuga (Varnam y Sutherland, 1994).

Las cremas lácteas se pueden clasificar con respecto al contenido de grasa en: crema extra-grasa, crema espesa, crema ligera y media crema, esta última debe tener un contenido mínimo de 20% de grasa de leche y un máximo de 30%, y no menos de 6% de sólidos no grasos de leche (Walstra, 2001).

La norma NOM-243-SSA1-2010 define a las cremas lácteas como el producto terminado en el que se ha reunido una fracción de grasa y sólidos no grasos de la de la leche, ya sea por reposo, centrifugación o reconstitución, sometida a pasteurización y cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad, permitiendo la adición de emulsificantes (lecitina, mono y diglicéridos y sus derivados) y estabilizantes (goma guar, carragenina, carboximetilcelulosa, algarrobo, gelana, xantana).

Considerando que la crema láctea es una emulsión, se procederá a definirla. Una emulsión es una dispersión coloidal de gotas de aceite en una fase acuosa (Schramm, 2005).

Las emulsiones se clasifican en directas, inversas o múltiples: Las emulsiones directas son aquellas en las que la fase dispersa es una sustancia lipofílica (grasa o aceite) y la fase continua es hidrofílica (normalmente agua). Estas emulsiones suelen denominarse como aceite en agua. Las emulsiones inversas por el contrario son aquellas en las que la fase dispersa es una sustancia hidrofílica y la fase continua es lipofílica. Estas emulsiones suelen denominarse agua en aceite. Finalmente las emulsiones múltiples son las que como fase dispersa contiene una emulsión inversa y la fase continua es un líquido acuoso (McClements, 2005).

Estos sistemas dispersos están constituidos por dos líquidos inmiscibles en los que la fase dispersa se encuentra en forma de pequeñas gotas, distribuidas en la fase continua o dispersante; se considera como un sistema termodinámicamente inestable, por lo tanto todas las reacciones físicas y químicas de la grasa deben iniciarse separadamente en cada glóbulo (Michalski y col., 2004). Son inestables ya que su estructura inicial evoluciona con el tiempo y por efecto de tratamientos térmicos, interacciones de sus componentes, esfuerzos mecánicos, entre muchos otros factores. Si se les permite reposar por algún tiempo, las moléculas de la fase dispersa tienden a asociarse para constituir una capa que puede migrar a la superficie o precipitar, según la diferencia de densidades entre las dos fases (Donsí y col., 2011).

Las emulsiones se pueden clasificar también en dos diferentes tipos según su uso:

- Aquellas que son en sí el producto final y deben permanecer estables evitando los procesos de floculación y coalescencia durante su producción y vida útil. Ejemplos de éstos son las mayonesas, los aderezos y las cremas para el consumo directo.

- Aquellas que son usadas como ingredientes para la elaboración de productos más complejos como yogurts, sistemas gelificados, helados y cremas batidas.

1.1.1 Glóbulos grasos de la crema láctea

Los glóbulos grasos de la crema no son de tamaño uniforme y varían desde 0.5 μm hasta unos 10 μm de diámetro (Ménard y col., 2010). La Figura 1.1 muestra una típica curva gaussiana con la distribución de tamaño de los glóbulos grasos en crema de leche de vaca, en donde los glóbulos varían de 0 a 5 μm con una moda de 2.5 μm .

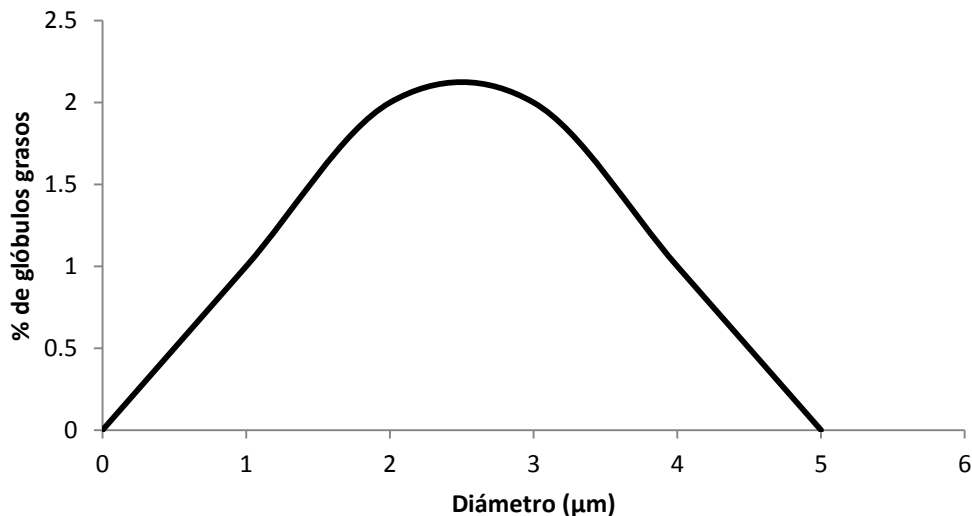


Figura 1.1 Curva gaussiana de distribución de glóbulos grasos en leche de vaca expresada como porcentaje en grasa total en función del diámetro de partículas en micrómetros (Walstra y Jenness, 1991).

La concentración de glóbulos grasos en la leche no es constante, por la variación propia de las distintas razas de ganado vacuno y por la fase de lactación en la que se encuentre, lo cual tiene un marcado efecto en la reología y el estado físico de la crema (Walstra, 2001).

Además, los cambios de temperatura a los que fue sometida la leche o crema pueden causar efectos significativos, principalmente debido a los diferentes

componentes lipídicos. Los sólidos no grasos también juegan un rol importante en las propiedades de la crema, lo mismo que los aditivos como sales, azúcares, conservadores, emulsificantes y estabilizantes adicionados (Warner, 1999).

La distribución de tamaño puede alterarse con ciertos procesos, principalmente con la homogeneización. Se ha sustentado con frecuencia que la composición de la grasa está relacionada con el tamaño del glóbulo, pero la única prueba clara en favor de tal relación deriva del hecho de que los glóbulos pequeños tienen una mayor cantidad de lípidos en la membrana y que éstos difieren mucho en composición de los de tamaño medio. Los glóbulos pueden tener 4 mg de lípidos de membrana por metro cuadrado de área superficial (Panovillé y col., 2011).

Los distintos tamaños de glóbulos de grasa que se pueden encontrar en una emulsión no suelen ser uniformes, por lo que en todos los casos en los que existe una distribución amplia la emulsión se denomina polidispersa en contraposición a emulsiones monodispersas, que son aquellas que tienen un tamaño uniforme de la fase dispersa (Figura 1.2).

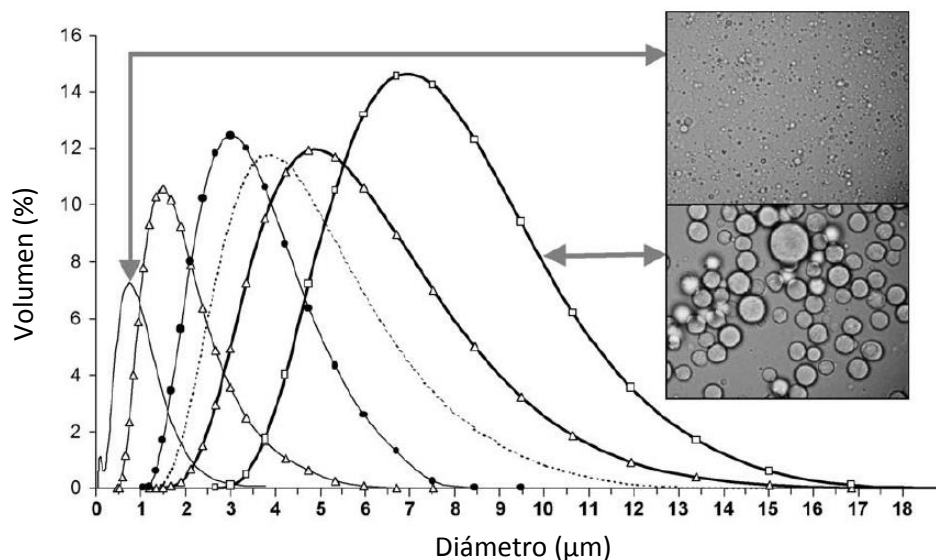


Figura 1.2 Distribución del tamaño de partícula en crema láctea (López, 2011).

Una emulsión estable corresponde generalmente a una distribución de tamaño de glóbulo monodispersa y con un máximo situado en diámetros de 1 a 10 µm, a medida que se desestabiliza la emulsión, ésta tiende a presentar una curva de

distribución más dispersa y con el máximo localizado en diámetros mayores (Walstra y Jenness, 1991).

1.1.2 Inestabilidad de la crema láctea

La crema y diversos productos lácteos son emulsiones que en muchos casos se desea su estabilidad física. Sin embargo, en ciertos procesos, se persigue un cambio de ésta, tal ocurre en la separación de la leche descremada o en la formación de mantequilla (Warner, 1999).

Como se muestra en la Figura 1.3 en los glóbulos pueden presentarse tres tipos de inestabilidad física denominados flóculos, grumos y gránulos. Los glóbulos de la crema se pueden agregar en forma de flóculos. En estos flóculos, los glóbulos mantienen su identidad y realmente no se tocan, las fuerzas de atracción entre ellos son bastante débiles y es suficiente una agitación vigorosa para romperlos o separarlos. La floculación normalmente no tiene lugar en los glóbulos grasos de la leche natural pero si en la crema láctea (Walstra y Jenness, 1991).

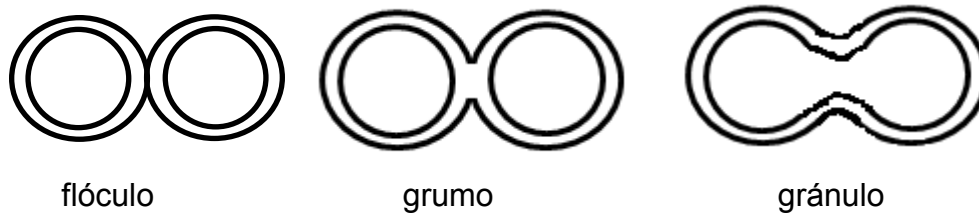


Figura 1.3 *Diferentes formas de agregación de los glóbulos grasos (Walstra y Jenness, 1991).*

También se pueden encontrar los denominados grumos o partículas parcialmente coalescidas, en este caso los glóbulos están unidos más fuertemente. Se puede suponer que las capas superficiales se funden o que los dos glóbulos comparten una cierta cantidad de material superficial. La formación de grumos no tiene lugar cuando los glóbulos poseen su membrana natural, la formación disminuye si se cubren de proteínas, como ocurre durante la homogeneización que da lugar a una alteración en el glóbulo lipofílico (Walstra, 2001).

Finalmente se puede dar la formación de grumos que tiene lugar en la coagulación por la aplicación del calor y durante la homogeneización.

En los gránulos un glóbulo de grasa está en contacto con otro glóbulo de grasa; los gránulos contienen siempre cristales de grasa. Si la grasa estuviera completamente líquida el gránulo daría lugar inmediatamente a un glóbulo mayor por coalescencia y esto es lo que sucede cuando se calienta un gránulo por encima del punto final de fusión de la grasa (Figura 1.4).

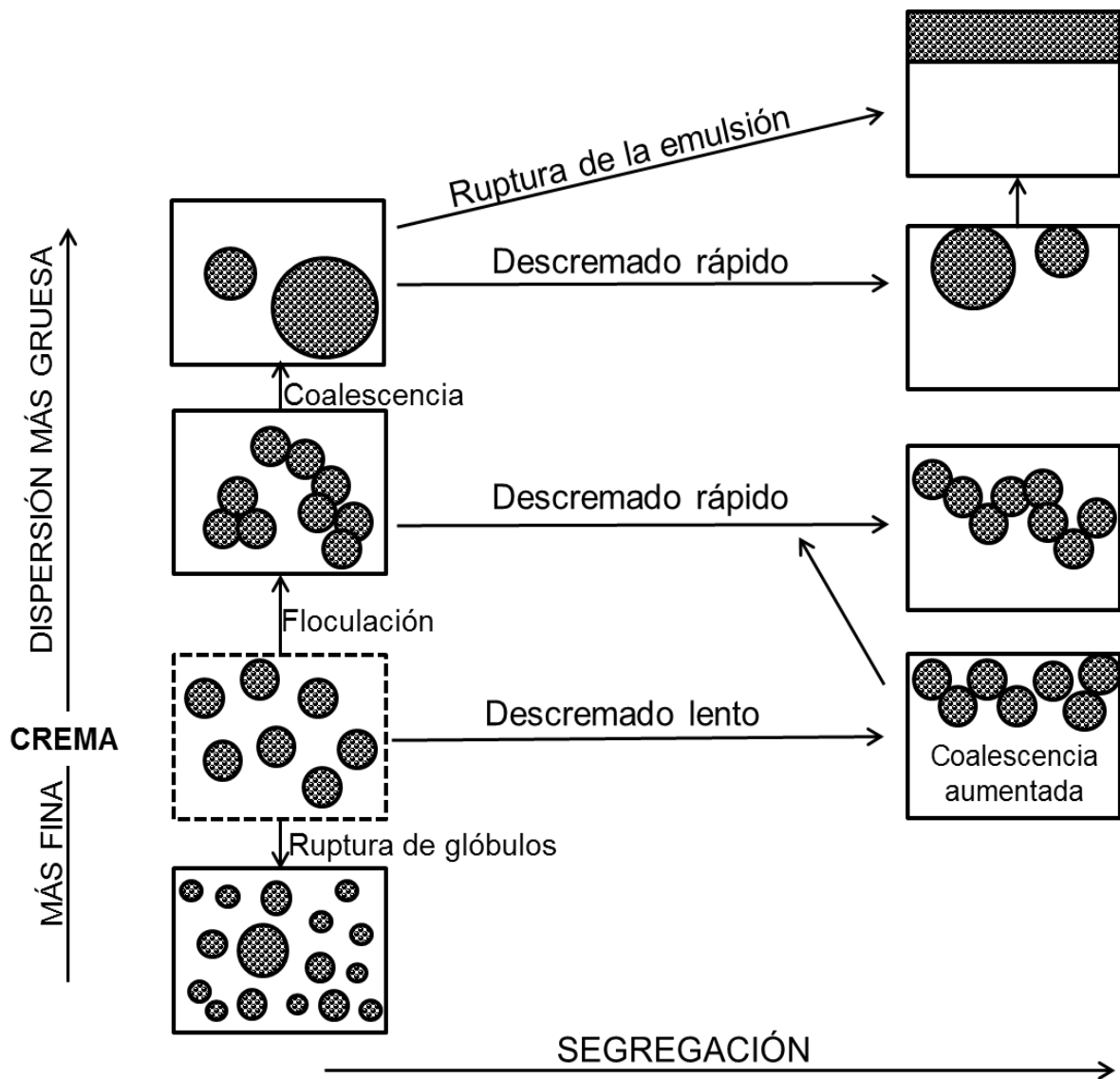


Figura 1.4 *Diversos tipos de inestabilidad de las emulsiones (Walstra, 2001).*

El cizallamiento puede evidentemente acercar más entre sí y por más tiempo a dos glóbulos que se encuentran originalmente alejados, lo que facilita la formación de flóculos, grumos y gránulos. Además la velocidad de encuentros o choques aumenta (Ramírez, 2006).

La agitación vigorosa de la crema de un contenido graso elevado determina generalmente una inversión de la fase cuando parte de la grasa se encuentra en estado sólido, obteniéndose una emulsión agua en aceite como en la mantequilla (Walstra, 2001).

En la capa de crema o nata recién separada debido a las fuerzas gravitacionales, los glóbulos se encuentran presionados entre sí, lo que también facilita la coalescencia. Los glóbulos muy pequeños son muy estables. En una emulsión polidispersa, como en la crema, los glóbulos mayores están especialmente predispuestos a la coalescencia; darán lugar a partículas mayores que se fusionarán aún más rápidamente y el proceso, por lo tanto, se favorecerá.

Así mismo con frecuencia se forman bruscamente gránulos visibles; esto ocurre cuando los glóbulos son parcialmente sólidos. La membrana o película superficial de los glóbulos es en gran parte la responsable de su repulsión y por lo tanto dificulta la coalescencia (Wright y col., 2011).

La temperatura influye en muchas de las variables estudiadas; generalmente cuanto mayor es la temperatura tanto más grande es el aumento de la velocidad de coalescencia y más fácil la ruptura, esto puede alterar la distribución de tamaño de los glóbulos durante la pasteurización y esterilización (Walstra, 2001).

El enfriamiento a temperaturas bajas disminuye irreversiblemente la función protectora de la membrana natural, esto se pone de manifiesto especialmente cuando fluctúa la temperatura. El enfriamiento de la crema a 5°C seguido del calentamiento a 30°C y de un nuevo enfriamiento a 5°C, aumenta su viscosidad, pudiendo incluso convertirse en gel o semisólido, este proceso se denomina coalescencia parcial limitada, inducida por el reciclado de la temperatura (al aumentar ahora a 40°C se fusionan varios glóbulos) (Márquez y col., 2005b).

La congelación y descongelación subsiguiente determina una gran coalescencia, especialmente en la crema; se debe fundamentalmente a que al crecer los cristales de hielo, los glóbulos grasos se presionan unos contra otros (Walstra, 2001).

1.1.3 Proceso de elaboración de la crema láctea

La Figura 1.5 muestra un proceso representativo de la elaboración de la crema láctea que se inicia con la recepción de la leche cruda, es importante que la leche no presente olores extraños procedentes de la alimentación de la vaca, ya que se distribuyen en la fase grasa y por lo tanto dan lugar a un importante defecto en la crema láctea. En condiciones ideales la leche debería ser procesada inmediatamente después de su recepción, puesto que el descremado es menos eficaz cuando se prolonga el tiempo de almacenamiento. En los procedimientos de manipulación de la leche para el descremado es necesario evitar el daño al glóbulo graso con el consiguiente aumento de las pérdidas de grasa en la leche descremada (Revilla, 2000).

El descremado o desnatado implica la concentración de los glóbulos grasos de la leche, por medio de la centrifugación de la misma, obteniendo la grasa láctea, que se fundamenta en la diferencia de densidad entre los glóbulos grasos (930 kg/m^3) y la que constituye la leche descremada (1036 kg/m^3) (Fennema, 1993). Toda planta destinada a la manipulación de la crema después de salir de la centrifuga o desnatadora, deberá ser diseñada y funcionar para minimizar el daño físico que puede causar el cizallado de la crema de alto contenido graso y dañar las cualidades de ésta (Varnam, 1994). El bombeado de la crema debería evitarse siempre que fuera posible y usarse siempre bombas de presión positiva (Valiente, 2002). La homogeneización de la crema se realiza para la distribución uniforme de la grasa sin tendencia a su separación, aumento de la viscosidad y otros efectos beneficiosos para ella. En la estandarización de la crema láctea es necesario ajustar el contenido de materia grasa a niveles del 20% con adición de crema menos concentrada o leche descremada.

El proceso continúa con la aplicación de un tratamiento térmico, que pueda garantizar la seguridad higiénica del producto, uno de los más utilizados es la pasteurización (incremento de la temperatura a un nivel que resulta apenas inferior al necesario para su ebullición, durante un periodo temporal reducido) por ejemplo 72°C en un tiempo de 15 segundos.

La mayoría de los tratamientos específicos están dirigidos a modificar la viscosidad para satisfacer las demandas de los consumidores, que a menudo, varían con el uso culinario final.

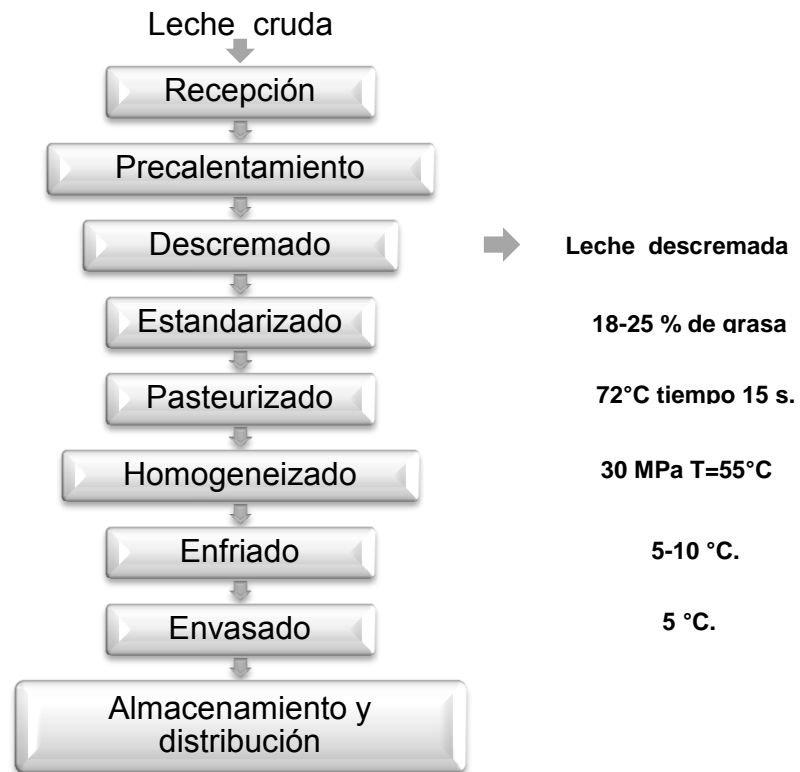


Figura 1.5 *Diagrama de proceso de la crema láctea pasteurizada (Varnan y Sutherland, 1994).*

Existen muchos factores que afectan a la viscosidad de la crema, puede afirmarse que cada aspecto de la configuración de la planta de elaboración, del procesado y de la manipulación de la crema tiene un efecto, aunque sea débil, sobre la viscosidad. En la práctica, factores tales como la composición de la leche están bastante fuera del control, mientras que otros como la temperatura del descremado, se determinan en condiciones normales de funcionamiento. La

viscosidad se puede modificar con la homogeneización y un enfriamiento controlado tras el tratamiento térmico.

Después que la crema se pasteurice, se somete a enfriamiento y se envasa asépticamente. El envasado puede combinar 3 factores, proceso de elevación de temperatura en tiempos cortos, envasado aséptico “forma, llenado, sellado” y la utilización del envase larga vida compuesto por seis capas protectoras utilizando la combinación de diferentes materiales para la conservación del producto (Cubero y Monterrer, 2002).

1.1.4 Características de la crema láctea

1.1.4.1. Aspectos nutritivos

Los nutrientes de la crema son un fiel reflejo de los nutrimentos presentes en la materia grasa de la leche usada como materia prima (Cuadro 1.1). Resulta así un alimento de alto valor energético y con una alta concentración de vitaminas ya que contribuye aportando vitaminas A en un porcentaje muy alto y vitamina D en menor proporción. Por supuesto existe la presencia de calcio como en todos los lácteos. La concentración de vitamina A es dos a tres veces mayor en una crema del 10% de grasa que en la leche entera, y de unas 8 a 12 veces más en una crema del 40% de grasa. Las pérdidas durante el procesado corresponden fundamentalmente pérdidas de vitamina C y ácido fólico (Bylund y Gómez, 2003).

Cuadro 1.1. *Composición química de la leche y de la crema láctea (Walstra y Jeness, 1991).*

Componente	Leche	Crema láctea
	(%)	(%)
Cenizas	0.9 ± 0.04	1.77 ± 0.03
Proteína	3.2 ± 0.02	3.73 ± 0.03
Grasa	3.5 ± 0.03	26.00 ± 0.2
Humedad	87.5 ± 0.5	57.19 ± 0.03
Calcio	139 mg.	91 mg.

El aroma y el sabor característicos se deben principalmente a los componentes grasos de la leche; cualquier alteración en el gusto y en el aroma serán, sobre todo, resultado de la oxidación y lipólisis de los glóbulos grasos de la leche cruda en la fase anterior a la pasteurización (Badui, 2006).

Por su contenido de grasa, es fácil encontrar en ella vitaminas liposolubles, mismas que no tiene la leche descremada, puede contener desde un 12% de grasa (crema ligera o media crema) hasta un 50-55% (espesa) y de acuerdo con esto es el uso que se le da. Sin embargo la auténtica crema debe contener al menos un 30% de grasa (Varnan y Sutherland, 1994).

La grasa de este tipo de productos es uno de los componentes más importantes, debido a que contribuye en la textura, consistencia, sabor y aroma de la crema (Fennema, 1993). La materia grasa de la leche presenta 3 compuestos distintos:

- Materia grasa, constituida por triglicéridos (compuesto químico que consiste de una molécula de glicerol y tres ácidos grasos) que supone alrededor del 98% del conjunto. Los triglicéridos son los constituyentes principales de las grasas animales (Cuadro 1.2). Los triglicéridos tienen densidades más bajas que el agua y pueden ser sólidos o líquidos a la temperatura normal del ambiente. Es importante decir que los lípidos con compuestos ricos en ácidos grasos saturados que constituyen las grasas (Cuadro 1.3), son aquellos lípidos que son sólidos a temperatura ambiente, mientras que los aceites son aquellos lípidos que son líquidos a la misma temperatura.
- Fosfolípidos (lípidos que contienen ácido fosfórico) de 0.5 a 1%.
- Otras sustancias “insaponificables” diferentes de las precedentes desde el punto de vista químico pero insoluble en el agua y solubles en la grasa alrededor del 1%.

Cuadro 1.2. *Composición de la grasa de la leche (Luquet y col., 1991).*

Triglicéridos	98 %
Diacilglicéridos	0.25 - 0.48 %
Monoglicéridos	0.02 - 0.04 %
Fosfolípidos	0.6 – 1 %
Colesterol	0.2 - 0.4 %
Glicolípidos	0.006 %
Ácidos grasos libres	0.1 - 0.4 %

Cuadro 1.3. *Composición de ácidos grasos de la grasa de la leche (Veisseyre, 1988).*

Ácido graso	(% molar)
Palmítico	23
Estéarico	20
Oléico	29
Linoléico	2
Linolénico	< 1

La variación de las principales propiedades físicas de la materia grasa demuestra perfectamente que se trata de una mezcla de triglicéridos. No existe un punto de fusión, ni de solidificación bien determinado (Cuadro 1.4).

Cuadro 1.4 *Propiedades físicas de la materia grasa (Walstra y Jenness, 1991).*

Densidad	936 a 950 kg /m ³
Punto de fusión	29 a 34° C
Punto de solidificación	24 a 19° C
Índice de refracción	1.45 a 1.46

El cambio de estado se produce con un margen de temperatura de 5°C. Además, las temperaturas de fusión y de solidificación no coinciden (las materias grasas puras se comportan de diferente manera).

Otro componente de la crema láctea son las proteínas, particularmente caseínas (Cuadro 1.5), tienen una apropiada composición de aminoácidos además de incluir enzimas, proteínas involucradas en el transporte de nutrientes, proteínas involucradas en la resistencia a enfermedades (anticuerpos y otros), factores de crecimiento, entre otras.

Aproximadamente en la leche normal el 95% de la caseína se encuentra unida a grupos de fosfato cálcico en forma de complejos esféricos muy hidratados, los cuales se les conoce como micelas, la micela de caseína está constituida de pequeñas unidades las cuales contiene principalmente una mezcla de las diferentes fracciones de caseína, predominando en gran medida las α y β caseínas (Aranceta, 1991).

Cuadro 1.5. *Porcentaje de caseínas en la crema (Aranceta, 2004).*

Proteínas	g/kg proteína
α -s1-caseína	10,0
α -s2-caseína	2,6
β -caseína	10,1
γ -caseína	3,3
Caseína total	26,0

Por su parte, las caseínas que se extraen de la leche pueden desarrollar propiedades funcionales tales como impartir viscosidad, gelificar, emulsificar y espumar (Badui, 2006).

1.1.4.2 Ingredientes de la crema láctea

Es importante conocer los ingredientes básicos que se pueden agregar a una crema láctea, ya que de ellos dependerán las características finales del producto.

Los ingredientes que se pueden encontrar en una crema láctea comercial son: grasa láctea (crema láctea, grasa butírica anhidra, cremas recombinadas), grasas vegetales (aceites de coco, palma, soya, entre otros), agua, sólidos lácteos no grasos: polvo de leche descremada, proteína láctea (caseinatos, suero de leche en polvo), residuo de crema en polvo, edulcorantes (azúcar, jarabe de maíz), emulsificantes de bajo peso molecular (monoestearato de glicerol, monopalmitato de glicerol, lecitina, entre otros), hidrocoloides (carrageninas, xantana, guar, derivados de celulosa, algarrobo y alginatos), conservadores (sorbato de potasio y benzoato de sodio), colorantes, saborizantes y sales (cloruro de sodio, citratos, fosfatos) (Aranceta, 2004).

1.2 Reología

La reología es la ciencia que estudia la relación entre el esfuerzo (σ) y la deformación (γ) de los materiales (Steffe, 1996). El flujo es una deformación continua generada por la aplicación de una fuerza de cizalla (Rao, 1999).

La reología de alimentos estudia la deformación y flujo de materias primas, productos intermediarios y productos finales de la industria de los alimentos. La ciencia de la reología tiene distintas aplicaciones en el campo de estabilidad, procesamiento y manipulación de los alimentos, de igual manera ayuda al diseño de equipos que son involucrados dentro de operaciones de transporte en tubería y agitación (mezcladores, homogenizadores, transferencia de calor) (Steffe, 1996).

La vida útil de muchas emulsiones de alimentos depende de las características reológicas de los componentes de las fases, dichas emulsiones pueden variar desde su estructura y composición siendo materiales complejos que pueden presentar un amplio intervalo de diferentes comportamientos reológicos, desde un fluido de baja viscosidad (leche), geles o semisólidos viscoelásticos (crema y yogurt) y sólidos (margarina y mantequilla refrigerada) (McClements, 2005).

Para entender la reología de las cremas lácteas es necesario definir las dos variables más importantes, esfuerzo y deformación.

Se denomina esfuerzo al cociente de la fuerza aplicada y el área sobre la superficie en la que actúa.

$$\sigma = F/A \quad (1)$$

Dónde:

σ = Esfuerzo (N/m^2)

F = Fuerza (N)

A = Área sobre la que se aplica (m^2)

Tanto la fuerza como el esfuerzo son magnitudes vectoriales, siendo necesario especificar su magnitud, dirección y sentido. Lógicamente, la dirección y el sentido

de ambas magnitudes son coincidentes. El esfuerzo se puede desglosar en dos componentes una perpendicular a la superficie que se denomina esfuerzo normal (σ_{11} , σ_{22} , σ_{33}) y otra comprendida en el plano que pasa por esa superficie y que recibe el nombre de esfuerzo tangencial, de cizalla o de corte (σ_{21} , σ_{12}).

Al aplicar un esfuerzo a un material, que puede ser de tres tipos denominados cizalla, tensión (compresión y extensión) y volumétrico; el material se deformará continuamente o fluirá, dependiendo de la magnitud del esfuerzo (Steffe, 1996).

Por otro lado, la deformación es el cambio de forma o de tamaño de un material debido a la aplicación de ese esfuerzo. Su magnitud y tipo dependen de las propiedades reológicas del cuerpo, de su forma y del tipo de esfuerzo que se aplica (Fischer y Windhab, 2011).

Es necesario mencionar que el flujo es una forma de deformación y es el término más comúnmente utilizado para referirse al movimiento de fluidos, mientras que la deformación es generalmente utilizada para referirse al comportamiento de sólidos. En el caso de fluidos, la deformación es muy rápida, por lo que se prefiere utilizar el término de velocidad de deformación o velocidad de cizalla ($d\dot{\gamma}/dt$).

En el caso de materiales sólidos se puede definir la relación entre el esfuerzo y la deformación de la siguiente manera:

$$\sigma = C\gamma \quad (2)$$

Donde:

C = Constante de proporcionalidad (Pa)

γ = Deformación (adimensional)

Ciertos cuerpos al aplicarles esfuerzos pueden presentar elasticidad ideal, donde el esfuerzo aplicado es directamente proporcional a la deformación relativa producida.

A la constante de proporcionalidad (C) se le denomina módulo de elasticidad o de Hooke, depende del tipo de esfuerzo aplicado, como el módulo de *Young* (E), el

cual describe la deformación de un cuerpo bajo tensión o compresión; el módulo de cizalla o *corte y rigidez* (G), que describe la deformación de un cuerpo bajo esfuerzo de cizalla, y el módulo de *carga* (K_v) que es una medida relativa de la deformación volumétrica (Steffe, 1996). Estas constantes se determinan aplicando gradientes de deformación y los esfuerzos ejercidos pueden ser de tipo extensional, de cizalla o de compresión (Figura 1.6), con su respectiva deformación en la misma dirección en que fue aplicada.

La deformación puede ser elástica o reversible, en este caso el cuerpo recupera su forma original al retirar la fuerza que provoca la deformación. En este tipo de deformación, el sólido, al variar su estado tensional y aumentar su energía interna en forma de energía potencial elástica, sólo pasa por cambios termodinámicos reversibles.

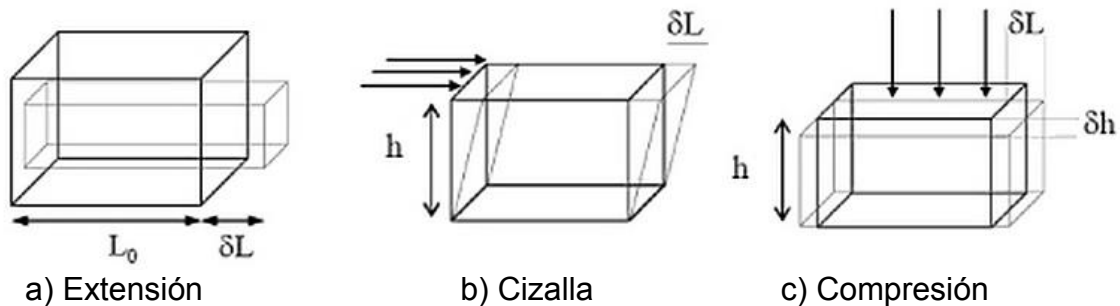


Figura 1.6 Esfuerzos ejercidos pueden ser de tipo extensional, de cizalla o de compresión (Steffe, 1996).

La aplicación de fuerzas externas provoca una deformación y un cambio de volumen en la materia, realizándose un trabajo, y se acumula como energía interna de deformación. Estas transformaciones son reversibles, puesto que cuando las fuerzas externas dejan de actuar, el sistema recupera instantáneamente la forma y dimensiones originales, mientras que la energía acumulada se retorna en forma de trabajo.

Un cuerpo sólido ideal que tiene elasticidad es referido como sólido de Hooke o hookeano; cuando no la presenta se dice que es no hookeano, es decir, es un cuerpo elástico no ideal. Los cuerpos elásticos no ideales son aquellos que frente

a la aplicación de un esfuerzo (que puede ser de cualquiera de los tres tipos definidos anteriormente) presentan una deformación no instantánea, que no desaparece instantáneamente con la eliminación del mismo.

Se clasifican en sólidos elásticos completamente recuperables y sólidos elásticos incompletamente recuperables o viscoelásticos.

La deformación plástica o irreversible es un tipo de deformación en que el material no regresa a su forma original después de retirar la carga aplicada. Esto sucede porque, en la deformación plástica, el material experimenta cambios termodinámicos irreversibles al adquirir mayor energía potencial elástica. La deformación plástica es lo contrario a la deformación reversible.

En este caso también se deforma la materia bajo la acción de las fuerzas aplicadas, pero el trabajo realizado se disipa completamente en forma de calor (Mason, 1999). Por ello, cuando la acción de dichas fuerzas cesa, el estado de deformación permanece.

1.2.1 Comportamiento reológico de los materiales

El comportamiento de los materiales sólidos y viscosos es diferente ante la aplicación de un esfuerzo, debido a la relación de éste con la deformación en cada uno de ellos (Rao, 1999 y Steffe, 1996). Ya que como se explicó previamente, mientras para un material elástico, el esfuerzo es una función de la deformación únicamente, para un fluido puramente viscoso, el esfuerzo depende de la velocidad de deformación, y no de la magnitud de la misma. Estos diferentes comportamientos pueden ser definidos por ecuaciones reológicas de estado que constituyen las relaciones matemáticas entre estas dos variables, los comportamientos extremos serían los de un sólido de Hooke (correspondientes a materiales idealmente elásticos) y lo de un comportamiento puro newtoniano (materiales idealmente viscosos). El resto de las categorías o comportamientos son situados en partes intermedias, ya que la realidad es que todos los materiales muestran ambos comportamientos aunque uno de ellos predomine (o el elástico o el viscoso) (Figura 1.7).

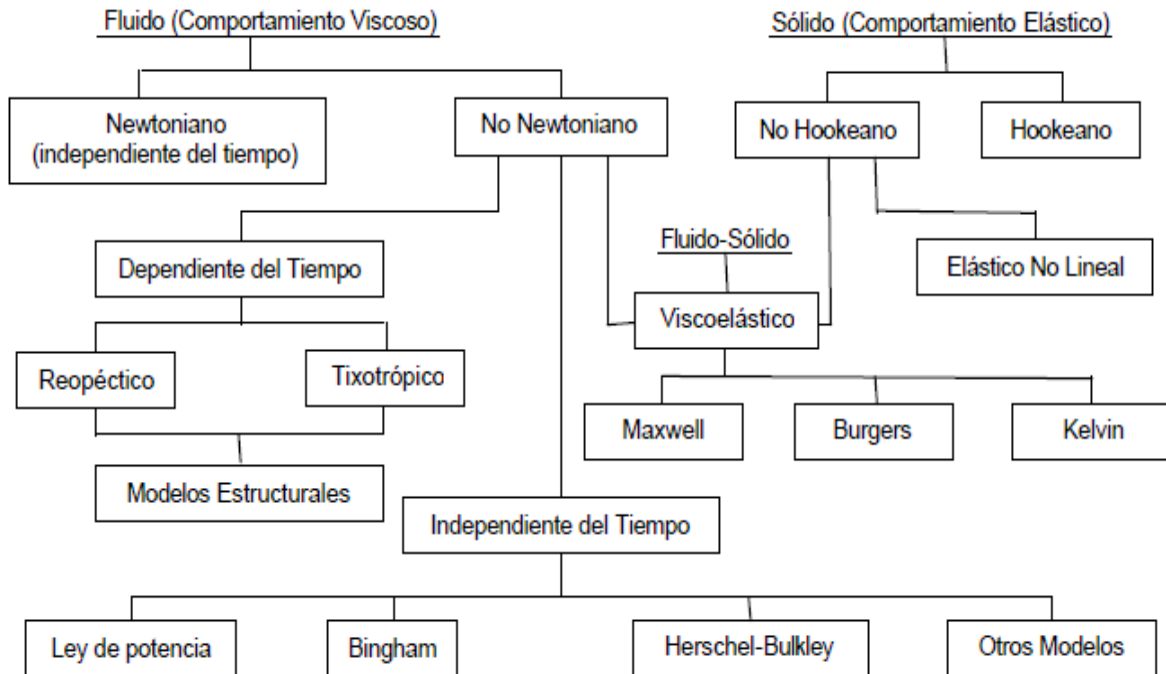


Figura 1.7 Clasificación del comportamiento reológico (Steffe, 1996).

Se explica a continuación el concepto de flujo en un sistema representado en la Figura 1.8., el cual está constituido por un fluido situado entre dos placas paralelas.

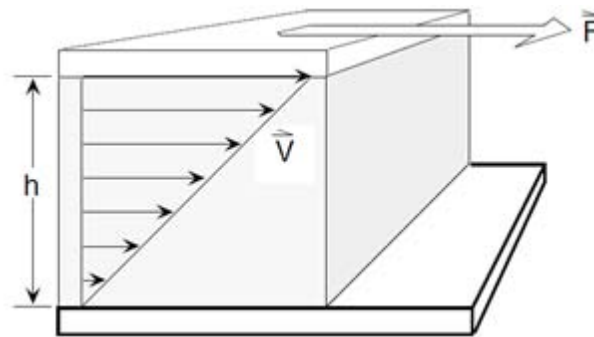


Figura 1.8 Desplazamiento de un fluido entre dos placas.

Considerando una placa inferior que permanece estacionaria, mientras que la superior se desplaza en dirección x con una velocidad constante (v) debido a la aplicación de una fuerza de cizalla o corte (F). El rozamiento entre el fluido y dicha superficie provoca un desplazamiento del mismo en la dirección x , generándose un perfil de velocidad en el seno del mismo: la capa longitudinal de fluido en

contacto con la placa inferior ($y=0$) no se desplaza, mientras que la lámina de fluido en las proximidades de la placa superior ($y=\delta$) se mueve con velocidad v .

En el espacio comprendido entre ambas placas, la velocidad de cada elemento de fluido (velocidad local) tendrá un valor intermedio entre 0 y v . Si el espacio entre las placas (δ) es suficientemente pequeño, el perfil de velocidad se puede considerar lineal.

Dado que el esfuerzo de cizalla aplicado provoca la formación del gradiente de velocidad, ambas variables están relacionadas por:

$$\sigma = \phi \frac{dv}{dx} \quad (3)$$

Dónde:

dv = Gradiente de velocidad (s^{-1})

dx = Espesor entre placas (m)

Esta expresión representa la ecuación reológica del fluido. Según cual sea la función matemática ϕ se dará un tipo u otro de comportamiento reológico. El gradiente de velocidad con respecto al espesor es representado por, $\dot{\gamma}$ lo que permite expresar la ecuación reológica independientemente de la geometría del sistema de flujo considerado como:

$$\sigma = \phi (\dot{\gamma}) \quad (4)$$

Dónde:

$\dot{\gamma}$ = Velocidad de cizalla (s^{-1})

Los fluidos en los que la relación entre el esfuerzo de cizalla y el gradiente de velocidad de cizalla es directamente proporcional, obedecen a la ley de Newton de la viscosidad:

$$\sigma = \mu \dot{\gamma} \quad (5)$$

Dónde:

μ = Viscosidad ($Pa \cdot s$)

Cuando un fluido no sigue el comportamiento descrito por la ley de Newton de la viscosidad, se trata de un fluido que presenta un comportamiento no newtoniano.

A. Fluidos independientes del tiempo de cizallamiento

Son aquellos fluidos en los que el valor de la viscosidad no cambia con respecto al tiempo de observación, siempre y cuando la velocidad de cizalla sea constante. Estos fluidos a su vez se clasifican dependiendo de si tienen o no esfuerzo cedencia, es decir, si necesitan un mínimo valor de esfuerzo de cizalla para que el fluido entre en movimiento (Figura 1.9).

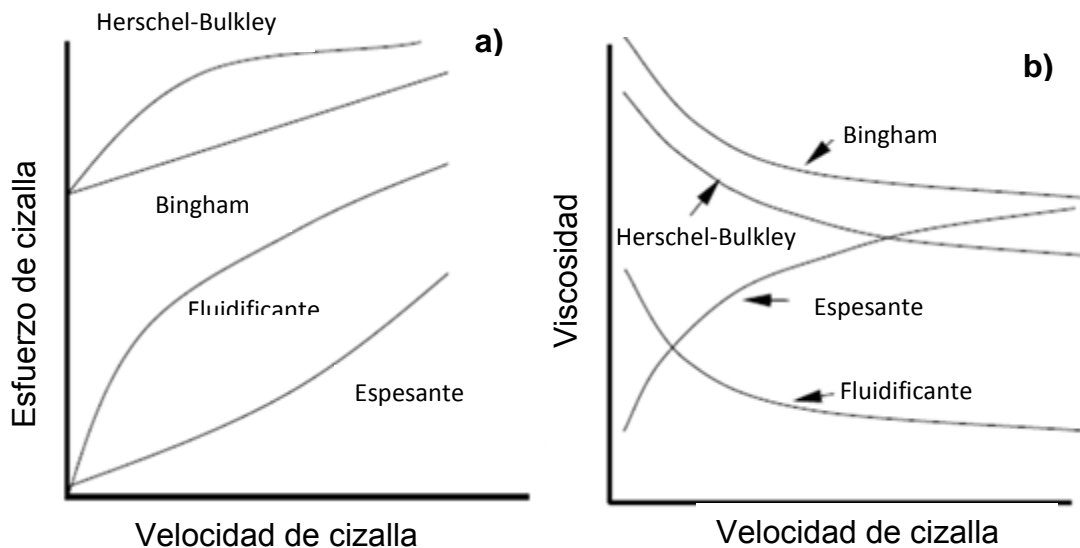


Figura 1.9 Curvas de flujo (a) y viscosidad (b) de diferentes modelos reológicos (Steffe, 1996).

a) Fluidos sin esfuerzo de cedencia

Fluidificantes a la cizalla o pseudoplástico

Este tipo de fluidos se caracterizan por una disminución de su viscosidad con la velocidad de cizalla (Roudot, 2004).

Los líquidos fluidificantes o pseudoplástico son menos espesos cuando se someten a altas velocidades que cuando se cizallan lentamente. La viscosidad

depende en ellos de la velocidad de cizalla, pero no del tiempo durante el que están sometidos a esa velocidad.

La velocidad de cizalla, aumenta en proporciones más altas que el esfuerzo de cizalla, de manera que la viscosidad, desciende a medida que aumenta la velocidad de cizalla. Por lo general se ajustan con el modelo de la potencia, donde el índice de comportamiento es inferior a la unidad.

$$\sigma = K \dot{\gamma}^n \quad (6)$$

Donde:

n = índice de comportamiento (adimensional)

K = índice de consistencia (Pa.s ^{n})

Espesantes o dilatantes

El termino dilatante es un fenómeno de espesamiento independiente del tiempo de cizallamiento que se da a altas velocidades de cizalla; se trata del fenómeno opuesto a los líquidos fluidificantes, por lo tanto se puede definir a los fluidos dilatantes como aquellos materiales en los que la viscosidad aumenta con la velocidad de cizalla, es decir existe un espesamiento de la estructura. En estos fluidos la relación que existe entre los valores del esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla no es lineal, sin embargo, estos valores están unívocamente relacionados.

b) Fluidos con esfuerzo de cedencia o plásticos

La característica principal de éstos es el hecho de presentar un valor de esfuerzo de cedencia (σ_0) denominado también esfuerzo de cizalla umbral o esfuerzo de fluencia, que debe ser superado para que el producto comience a fluir, dentro del grupo plástico existen varios comportamientos, siendo los más usuales los tres modelos siguientes (McClements, 2005):

Plástico de Bingham

Estos fluidos se caracterizan por que para valores de esfuerzo inferiores al esfuerzo de cedencia, el material tiene suficiente rigidez como para soportar el esfuerzo sin fluir, al alcanzar el valor umbral se presenta flujo con proporcionalidad entre esfuerzo, y velocidad de cizalla como en los fluidos newtonianos (representado por la viscosidad plástica).

$$\sigma = \mu_p \dot{\gamma} + \sigma_0 \quad (7)$$

Donde:

σ_0 = Esfuerzo de cedencia (Pa)

μ_p = Viscosidad plástica (Pa·s)

Casson

Estos fluidos son aquellos en los que no existe una relación lineal entre el esfuerzo y la velocidad después de haber superado el esfuerzo de cedencia, y se obtienen sus parámetros a través de la relación entre $\sqrt{\sigma}$ y $\sqrt{\dot{\gamma}}$; después de sobrepasar el esfuerzo de cedencia se comportan como materiales fluidificantes regidos por la siguiente ecuación.

$$\sqrt{\sigma} = K_c \sqrt{\dot{\gamma}} + \sqrt{\sigma_0} \quad (8)$$

Donde:

K_c = Constante de Casson

Herschel-Bulkley

Son aquellos en los que no existe una relación lineal entre el esfuerzo y la velocidad de cizalla después de haber superado el esfuerzo de cedencia y donde a diferencia de los fluidos que obedecen al modelo de Casson, en éstos el índice al comportamiento al flujo, está comprendido entre 0 y 1.

$$\sigma = \sigma_0 + k\dot{\gamma}^n \quad (9)$$

B. Fluidos dependientes del tiempo de cizallamiento

Estos fluidos son aquellos en los que el esfuerzo de cizalla depende no solo de la velocidad de cizalla sino también y de forma simultánea, del tiempo que se mantiene el cizallamiento. Dentro de este tipo de fluidos se encuentran dos fundamentales: tixotrópico y antitixotrópico.

La curva de flujo característica de un material tixotrópico y antitixotrópico se puede obtener al incrementar y disminuir progresivamente la velocidad de cizalla y registrando el esfuerzo de cizalla correspondiente, en este caso la curva de ascenso y la de descenso, seguirán caminos distintos aunque completando un ciclo cerrado llamado ciclo de histéresis (Figura 1.10).

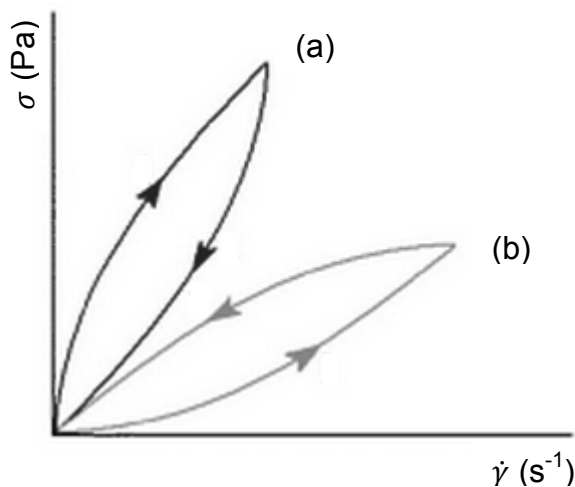


Figura 1.10 Curva de flujo característica de un comportamiento tixotrópico (a) y antitixotrópico (b).

Otra manera de evidenciar la tixotropía es aplicando un cizallamiento constante (ejemplo $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$) y seguir la variación de la viscosidad en función del tiempo de aplicación (Figura 1.11), en donde para un material tixotrópico se observa una disminución con respecto al tiempo y en el antitixotrópico, un aumento.

La estructura temporal de estos materiales se ordena con la velocidad de cizalla aplicada, presentando mayor resistencia a medida que aumenta, volviendo a desordenarse cuando se dejan en reposo (Ibarz y Barbosa-Cánovas, 1999).

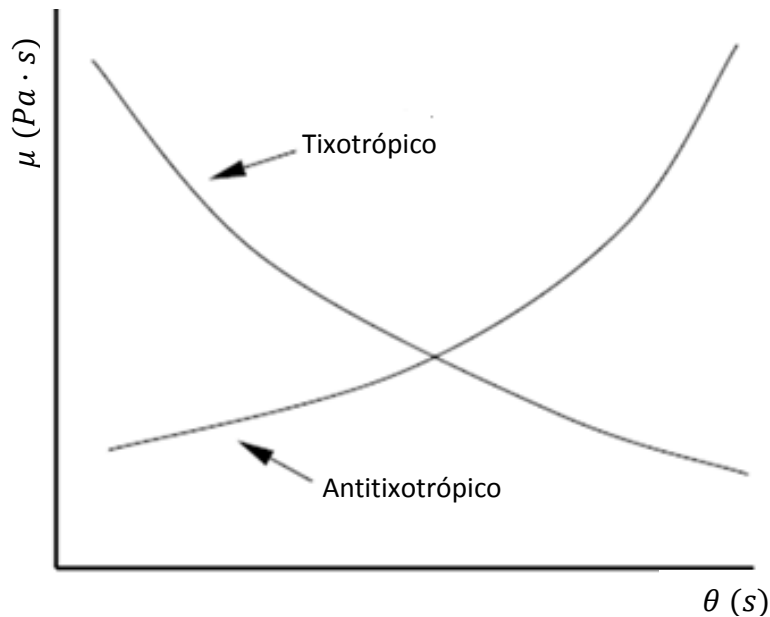


Figura 1.11 Comportamiento representativo de fluidos dependientes del tiempo manteniendo constante la velocidad de cizalla (Steffe, 1996).

Comportamiento viscoelástico

Un material viscoelástico se define como aquel que al estar sometido a un pequeño esfuerzo, ya sea de tipo cizalla, compresional o extensional presenta propiedades intermedias entre un sólido perfectamente elástico y un fluido perfectamente viscoso. Estos materiales se caracterizan por presentar a la vez tanto propiedades viscosas como elásticas. Sin embargo la viscoelasticidad sólo se hace notar cuando el tiempo de relajación es apreciable. Esta mezcla de propiedades puede ser debida a la existencia en el líquido de moléculas largas y flexibles o también a la presencia de partículas líquidas o sólidos dispersos. Mientras más completa y resistente a la ruptura es la estructura, más pronunciada es su elasticidad, y mientras más fácil se rompa su estructura, mayor es su comportamiento viscoso (Barnes, 2000), este comportamiento se puede apreciar en la Figura 1.12.

Los materiales viscoelásticos se caracterizan por una estructura tridimensional incompleta que se destruye por la aplicación de un esfuerzo y sólo se recupera parcialmente cuando el esfuerzo es removido. Mientras más completa y resistente

a la ruptura es la estructura, más pronunciada es su elasticidad, y mientras más fácil se rompe su estructura, mayor es su comportamiento viscoso.

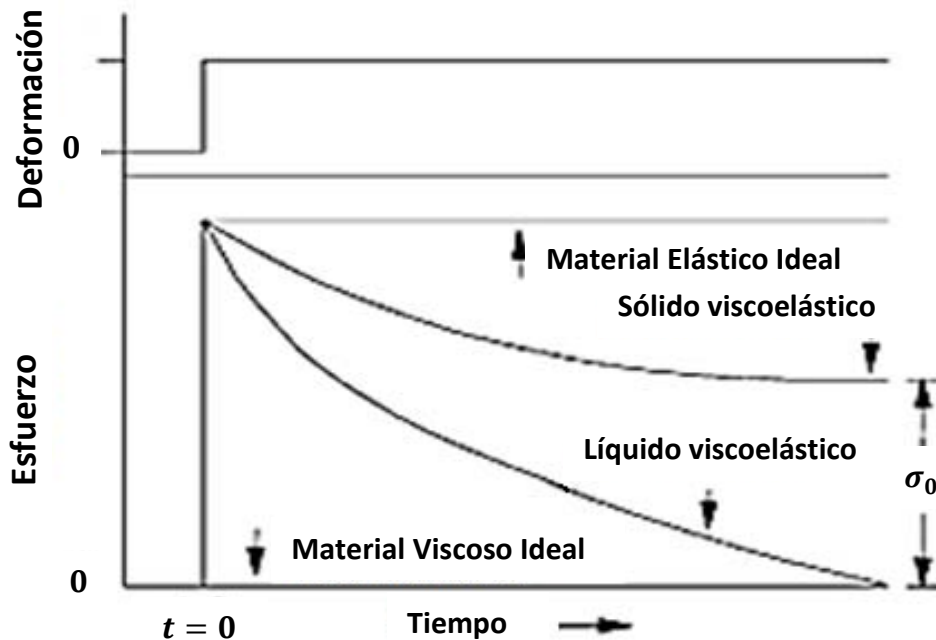


Figura 1.12 Curvas típicas obtenidas en una prueba de relajación (Steffe, 1996).

1.2.2 Caracterización reológica de materiales viscoelásticos

Métodos de determinación de propiedades viscoelásticas

Los alimentos viscoelásticos no exhiben un comportamiento lineal y para el estudio de la viscoelasticidad deben definirse las condiciones experimentales para que se establezcan las relaciones entre las variables esfuerzo, deformación y tiempo, de manera que se mantenga la linealidad de respuesta viscoelástica (Barnes, 2000).

El comportamiento de muchos de estos materiales es extremadamente complejo. Sin embargo, existen algunos métodos que ayudan a describirlo, dentro de los que se pueden mencionar a las pruebas dinámicas.

Pruebas dinámicas

En las pruebas dinámicas o bajo cizalla oscilatoria, la muestra también contenida en cilindros concéntricos o entre un cono y una placa, se somete a una deformación de cizalla (movimiento oscilatorio sinusoidal) midiendo el esfuerzo de cizalla correspondiente.

Éstas son llamadas pruebas oscilatorias de pequeña amplitud, debido a que se emplean pequeñas deformaciones con el fin de mantener un comportamiento viscoelástico lineal, donde la deformación de cizalla aplicada a los materiales es suficientemente pequeña para que éstos no modifiquen significativamente su estructura; bajo estas condiciones la deformación de cizalla es función solamente del tiempo y no de la magnitud de esfuerzo (McClements, 2005).

Las dos variables que se controlan en este tipo de mediciones, son la frecuencia (f) o velocidad angular (ω), así como la amplitud de la deformación de cizalla (γ_0) (Figura 1.13).

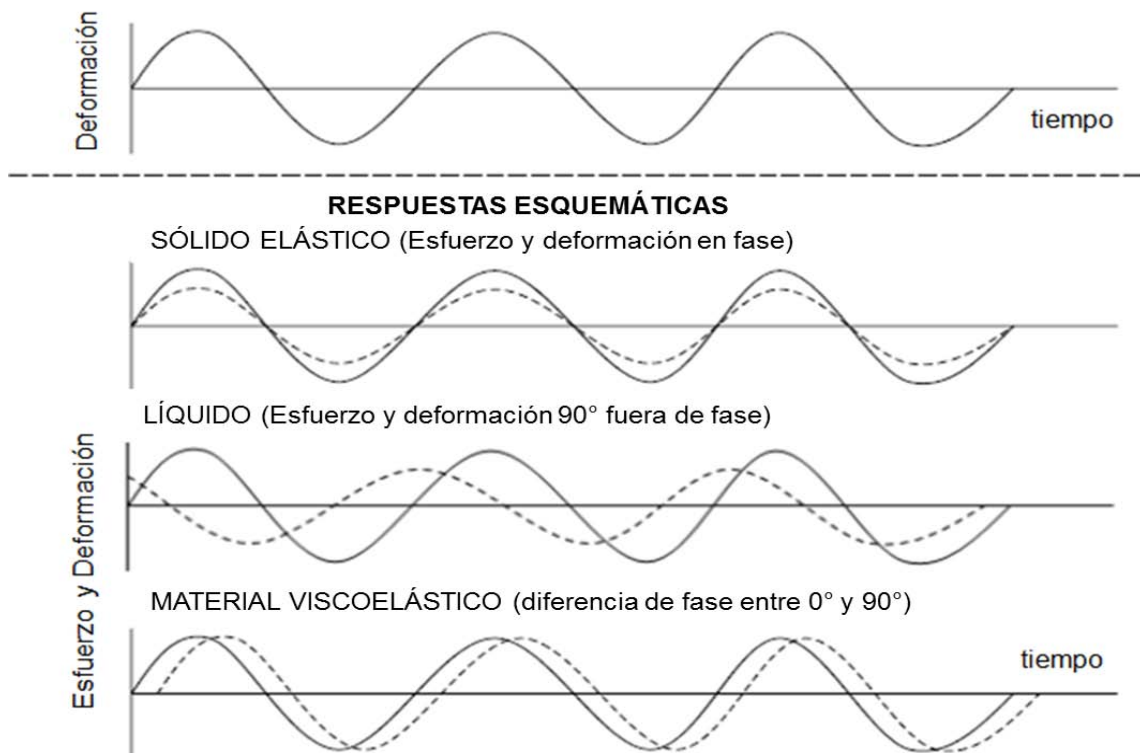


Figura 1.13 Variación de la frecuencia y la amplitud en una prueba dinámica.

Las respuestas que se miden son la amplitud de la deformación de cizalla correspondiente del esfuerzo de cizalla (σ_0) y la diferencia de fase entre la deformación de cizalla aplicada al esfuerzo de cizalla medido (δ). Si una muestra se comporta como un sólido ideal, la deformación de cizalla y el esfuerzo de cizalla varían de la misma forma, de manera que alcanzan los valores máximos de amplitud al mismo tiempo, en el caso de una sustancia viscosa ideal el esfuerzo de cizalla y la deformación de cizalla estarán desfasados 90° , debido a que el material no almacena energía (Rao, 2007; Steffe, 1996).

En los materiales muy viscosos, gran parte del esfuerzo se disipa como pérdidas por fricción, mientras que en los sólidos, la transmisión del esfuerzo es acentuada. Análogamente, el desfasamiento es alto para sustancias muy viscosas, y atenuada para materiales que muestran un alto grado de elasticidad.

La deformación es una función del tiempo definida como:

$$\gamma = \gamma_0 \sin(\omega t)$$

El esfuerzo correspondiente puede ser representado como la suma de los componentes que están en fase con la deformación, y 90° fuera de fase con la deformación:

$$\sigma = \gamma_0(G'(\omega) \sin \omega t + G''(\omega) \cos \omega t)$$

El módulo de almacenamiento (G') se define como el esfuerzo en fase con la deformación, dividida por la deformación y es una medida de la energía almacenada y recuperada por el material en un ciclo; es un indicador del componente elástico del material. Mientras que el módulo de pérdida (G'') se define como el esfuerzo desfasado 90° respecto a la deformación, dividida por la deformación, en un prueba de deformación sinusoidal y es una medida de la energía disipada como calor por el material en un ciclo; es un indicador del componente viscoso del material. Ambos módulos son funciones de la frecuencia (Steffe, 1996).

1.2.3 Factores que determinan la reología de las emulsiones

El comportamiento reológico de un alimento en particular depende del tipo y la concentración de los ingredientes que contiene, así como del proceso y las condiciones de almacenamiento a las cuales se someten. Además, factores como diámetro promedio de partícula, distribución de tamaño de partícula, fracción volumen de aceite, naturaleza de la capa interfacial y naturaleza de las fuerzas entre los glóbulos, en el caso de las emulsiones, son factores que modifican de igual forma la reología de dichos sistemas; de acuerdo a lo reportado por McClements (2005), se presentan algunos factores que modifican la reología de las emulsiones (Figura 1.14).

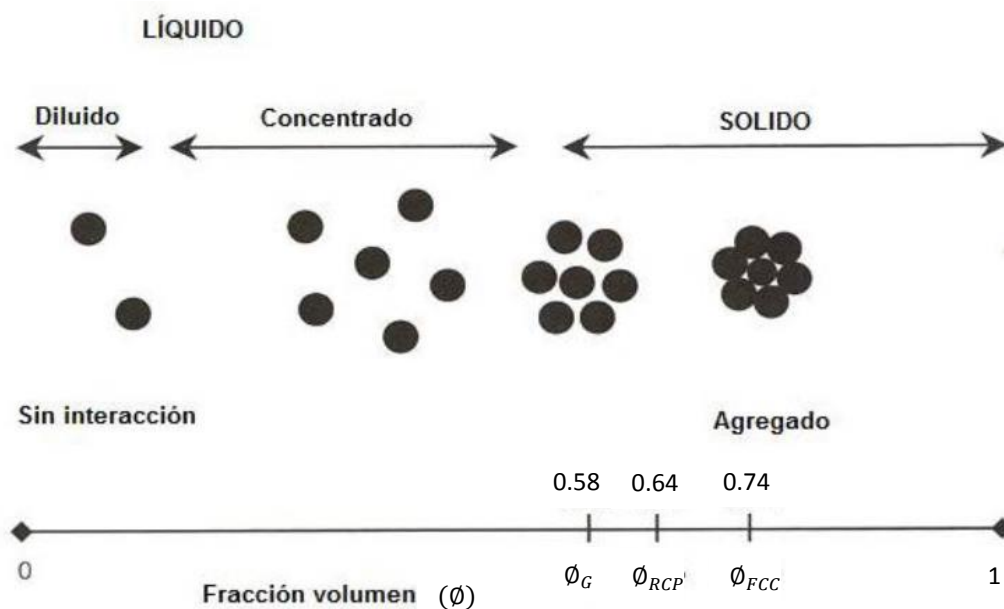


Figura 1.14 Arreglo de partículas en sistemas dispersos (McClements, 2005).

a) Fracción volumen de la fase dispersa

Dentro de las propiedades reológicas de las dispersiones coloidales que tienen mayor influencia sobre la estabilidad y características reológicas de las mismas, se encuentra que uno de los factores es el arreglo de las partículas en el sistema, puesto que la dependencia de la viscosidad respecto a la fracción de volumen está principalmente determinada por las interacciones coloidales entre los glóbulos modificando así su apariencia, textura, sabor y estabilidad.

Por lo cual se clasifican los sistemas en base a este factor como:

Diluidos. ($\varphi < 0.05$): Las partículas se encuentran suficientemente separadas por lo que no interactúan entre ellas y su movimiento es determinado sólo por fuerzas brownianas. La emulsión es un fluido con viscosidad relativamente baja, la cual es dominada por la viscosidad de la fase continua, bajas concentraciones como en lo que teóricamente la viscosidad es directamente proporcional a la viscosidad de la fase continua consecuentemente cualquier alteración en la reología de la emulsión.

Concentrados ($0.05 < \varphi < 0.4$): Las partículas interactúan apreciablemente entre ellas a través de interacciones hidrodinámicas y colisiones de partículas lo cual impide su movimiento, la emulsión es todavía fluida con una viscosidad que comienza a incrementarse paulatinamente conforme la concentración de las partículas aumenta debido a que la presencia de glóbulos favorece la dispersión de energía asociada al flujo del fluido.

Parcialmente cristalinos ($0.49 < \varphi < 0.54$): En este intervalo de concentración las partículas están separadas en dos distintas fases: una fase cristalina que consiste de agregados muy estrechos de partículas y una fase fluida con agregados de partículas que se mueven libremente

Vítreos ($0.85 < \varphi < 0.64$): El movimiento de las partículas es severamente restringido debido al estrecho acercamiento entre éstas las cuales se consideran atrapadas en redes donde pueden tener movimiento vibratorio pero no libremente.

b) Reología de los componentes de las fases

Teóricamente existe una relación directa entre la viscosidad de la emulsión y la viscosidad de la fase continua por lo tanto cualquier alteración en las propiedades reológicas de la fase continua tiene una influencia en la reología de toda la emulsión así como la presencia de un agente espesante en la fase acuosa. La reología de la fase dispersa tiene una menor influencia en el comportamiento de la emulsión ya que las gotas están cubiertas por una membrana viscoelástica, es

decir las gotas tienen propiedades similares a esferas rígidas, sin embargo en emulsiones concentradas aceite-agua, la reología de los glóbulos juegan un papel importante en estos sistemas; los glóbulos pueden deformarse con la aplicación de un cizallamiento y por lo tanto una emulsión que contiene partículas fluidas tendrá una menor resistencia a la deformación que una suspensión con partículas rígidas.

c) Tamaño de partícula

La influencia del tamaño de partícula así como de su distribución sobre la reología de la emulsión depende de la fracción volumen de la fase dispersa y de la naturaleza de las interacciones entre las partículas, así mismo, el tamaño de partícula tiene gran impacto en el grado de floculación, las partículas tienden a formar emulsiones más estables cuando hay una mayor separación de tamaño entre éstas.

El tamaño del glóbulo de la fase dispersa es de gran importancia para las propiedades de la emulsión con respecto a la estabilidad ya que puede causar la separación de las fases ya sea por floculación o coalescencia.

En ausencia de interacciones coloidales apreciables, el tamaño del glóbulo altera la reología debido a su influencia sobre la movilidad browniana y los efectos del cizallamiento, esto es sólo apreciable en emulsiones con concentraciones relativamente altas. En la Figura 1.15 se puede observar la distribución espacial de los glóbulos dentro de la crema.

Bermúdez y col.(2008), después de examinar distintas muestras de leche entera en el microscopio, mostraron que el diámetro promedio del glóbulo de grasa fue de aproximadamente 15 μm , y los tamaños se distribuyeron de acuerdo a una distribución logarítmica normal. Walstra, (1991) llegó a la conclusión, en base a un método de recuento electrónico, que hay una distribución bimodal, el segundo pico correspondiente a un número de glóbulos muy pequeños de 4 μm .

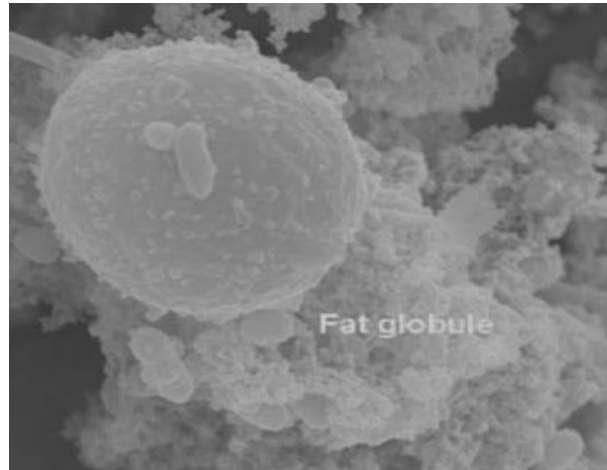


Figura 1.15 Ampliación de la microestructura del glóbulo de grasa en crema láctea (Bermúdez y col., 2008).

d) Variación de la viscosidad con la temperatura

La viscosidad es una manifestación del movimiento molecular dentro del fluido, las moléculas de regiones con alta velocidad global chocan con las moléculas que se mueven con una velocidad global menor, y viceversa. Estos choques permiten transportar cantidad de movimiento de una región de fluido a otra. Ya que los movimientos moleculares aleatorios se ven afectados por la temperatura del medio, la viscosidad resulta ser una función de la temperatura (Márquez y col., 2005c).

Algunos fluidos son absolutamente sensibles a la temperatura, y una variación relativamente pequeña dará lugar a un cambio significativo en la viscosidad. Otros son relativamente insensibles. La consideración del efecto de la temperatura en viscosidad es esencial en la evaluación de los materiales que serán sometidos a las variaciones de la temperatura, por ejemplo en la elaboración y transporte de distintos productos alimenticios. Por lo general los materiales disminuyen el valor de su viscosidad en forma exponencial al aumentar la temperatura; y cuanto más viscoso sea el fluido, más se verá afectado por variaciones en ésta. Frecuentemente la ecuación de Arrhenius describe la relación entre la viscosidad y la temperatura.

En la mayoría de los líquidos se ha observado una disminución de la viscosidad con el incremento de la temperatura. Según Márquez y col., (2005c) tal disminución se debe, fundamentalmente, a dos efectos, disminución de la viscosidad del medio dispersante y debilitamiento de las estructuras formadas por las partículas al aumentar la temperatura.

e) Interacciones coloidales entre partículas

La naturaleza de las interacciones entre partículas en la emulsión es uno de los principales factores que determinan el comportamiento reológico. Las propiedades reológicas de una emulsión dependen de la magnitud relativa y el intervalo de las interacciones de atracción o repulsión de los glóbulos. La manipulación de las interacciones entre los glóbulos puede ser usada para controlar efectivamente las propiedades reológicas de las emulsiones, por ejemplo, la carga neta de los glóbulos puede tener diferentes efectos: si el pH de la fase continua se modifica para que la repulsión electrostática entre los glóbulos no sea lo suficientemente fuerte para favorecer las interacciones electrostáticas de atracción, los glóbulos flocularán, causando un incremento significativo en la viscosidad de la emulsión.

f) *Carga de las partículas*

La carga de las partículas puede determinar el comportamiento reológico, se distinguen tres efectos conocidos como efectos electroviscosos: el efecto primario es la distorsión de la doble capa eléctrica por el flujo de cizalla, el efecto secundario es la repulsión de la doble capa (potencial z) y el efecto terciario se da en polielectrolitos y se atribuye a cambios en las dimensiones de los glóbulos con cambios de pH o en la fuerza iónica (McClements, 2005).

1.2.4 Reología de la crema láctea

En pocos estudios actuales se reporta la reología de la crema láctea, entre los que se estudian o analizan los efectos de proceso o formulación de distintos contenidos de grasa bajo diferentes condiciones de prueba, tratando de evaluar el efecto de algún proceso aplicado a una formulación diferente.

Hinrichs y Kessler (1997) determinaron la viscosidad en función de la velocidad de cizalla (1000-3000 1/s), observando una viscosidad casi constante seguido de un incremento de la viscosidad (fracción volumen de 0.29 y 0.30). Se consideró como velocidad de cizalla crítica aquella en donde comienza a incrementar la viscosidad. En general se observó una disminución de la velocidad de cizalla crítica al incrementar la fracción volumen de glóbulos grasos (5 y 10 °C). Esta velocidad de cizalla crítica fue relacionada con la inestabilidad de los glóbulos grasos. En fracciones mayores de 0.39 se observó un comportamiento fluidificante a la cizalla antes de alcanzar la velocidad de cizalla crítica.

Scott y col. (2003) evaluaron el efecto de la temperatura en el proceso de separación de la crema (6400 rpm), en una crema láctea reformulada del 30 al 35% de grasa. Se determinó también la variación de viscosidad en función de la velocidad de cizalla, a una temperatura constante de 7°C, mostrando una relación no constante, ya que la viscosidad aumentó considerablemente hasta la velocidad de cizalla de 1500 s⁻¹ y posteriormente la viscosidad disminuye proporcionalmente con el aumento de la velocidad de cizalla, en el intervalo de 1500 a 3000 s⁻¹. Al disminuir la velocidad de cizalla aplicada se observó un bucle de histéresis, ya que la curva de ascenso de velocidad de cizalla no coincidió con la de descenso, característico de un fluido tixotrópico, por lo tanto fue descrito como un material dependiente del tiempo de cizallamiento.

Elling y col., (2006), analizaron el efecto que tiene el proceso de homogenización (dos condiciones 10.2/3.4 MPa; 13.6/3.4 MPa) de la crema, utilizando cremas reformuladas al 20% grasa, con tres formulaciones diferentes, empleando el aceite de mantequilla con leche descremada, suero de leche y mantequilla, teniendo como referencia una crema proveniente de leche fresca.

Las curvas de viscosidad se realizaron también a una temperatura constante de 7°C, al igual que los autores anteriores, obtuvieron un aumento de la viscosidad con respecto al incremento de la velocidad de cizalla en el intervalo de 173 a 2770 s⁻¹. Al momento de disminuir la velocidad de cizalla las curvas no coincidieron, formando también un bucle de histéresis, característico de un fluido tixotrópico.

Se han reportado pocos estudios de propiedades elásticas de cremas lácteas con distintos contenidos de glóbulos grasos y diferentes condiciones de prueba.

Márquez y col. (2005c) evaluaron el efecto de ciclos de temperatura en cremas preparadas con leche de soya en polvo reconstituida, aceite de girasol y grasa láctea, los ciclos consistieron en un calentamiento a 40°C enfriamiento a 4°C y nuevamente un calentamiento a 40°C, determinaron los módulos de almacenamiento (G') y de pérdida (G'') y observaron que existió un aumento de los valores de G' y G'' después del ciclo aplicado, aunque siempre predominó el carácter elástico, con valores del módulo de almacenamiento superiores a los del módulo de pérdida en el intervalo de frecuencia estudiado.

CAPÍTULO II. METODOLOGÍA

2.1 Objetivos

General: Determinar la influencia de la temperatura y velocidad de cizalla sobre las propiedades reológicas y tamaño de partícula de dos cremas lácteas comerciales con 20% de grasa, a partir del estudio del comportamiento reológico bajo cizalla oscilatoria y cizalla rotacional de las mismas, proporcionando alternativas de caracterización de este producto.

Objetivos particulares:

1. Determinar la distribución del tamaño de partícula de las cremas lácteas, por difracción de luz, almacenadas 24 horas a 5°C y a temperatura ambiente (25°C), sin y con cizallamiento, y a 60°C después de aplicar un cizallamiento durante 20 min, para evidenciar la presencia de agregados.
2. Caracterizar el comportamiento viscoelástico de cremas lácteas comerciales, mediante pruebas de cizalla oscilatoria, a las temperaturas de 5, 25 y 60°C, para la obtención de los módulos elástico y viscoso.
3. Caracterizar el comportamiento al flujo de cremas lácteas comerciales a las temperaturas de 5, 25 y 60°C, mediante pruebas de cizalla rotacional simple con distintas condiciones de prueba, para la obtención de los parámetros reológicos que las definen, bajo condiciones de flujo.

2.2. Materiales y métodos

2.2.1. Materiales

El estudio se realizó con 2 medias cremas lácteas comerciales A y B, en envase aséptico y enlatada respectivamente, las cuales se adquirieron de un mismo lote, con un contenido del 20% de grasa, sus ingredientes marcados en la etiqueta se muestran en el Cuadro 2.1.

Las medias cremas se conservaron a temperatura ambiente ya que se encontraban envasadas asépticamente. Las pruebas reológicas se llevaron a cabo a 5, 25 y 60°C (temperatura de refrigeración, ambiente y superior a la ambiente).

Cuadro 2.1. *Ingredientes de las diferentes cremas de estudio.*

CREMA A NESTLÉ®	CREMA B LALA®
Crema de leche de vaca (23% de grasa), alginato de sodio, carragenina, fosfato de sodio y citrato de sodio.	Crema de leche de vaca con 20% grasa, goma guar, fosfato de sodio y carragenina como estabilizantes y sal yodada.

2.2.2 Métodos

A. Distribución del tamaño de partícula

Se determinó por medio de un Granulómetro de rayo láser (CILAS 930 LD, Francia), el cual permite determinar la distribución y tamaño de partículas de los materiales.

Principio de funcionamiento: La muestra, dispersa en líquido, pasa a través de un haz de láser monocromático, la luz se difracta en diferentes ángulos por las partículas y se mide con una celda detectora, por medio de algoritmos se determina la distribución de tamaño de partículas mediante el análisis del patrón de difusión de la muestra. El equipo de dispersión de luz láser permite determinar la distribución y tamaño de partícula de materiales, por dos vías: Vía líquida y seca (Beristain, 2001).

Se utilizó la vía líquida para la determinación de la distribución de diámetro en sistemas donde las partículas no son solubles en agua, como en este caso, cremas lácteas.

El tamaño de partícula se determinó a las muestras antes y después del cizallamiento de 1000 s^{-1} (por 20 minutos). Se tomaron 0.5 ml de muestra alcanzando una oscuración del 10%, realizando las pruebas con y sin ultrasonido. De igual forma se hicieron tres repeticiones de cada muestra y al término de la prueba se obtuvo la gráfica de densidad de población en función del diámetro. En las distribuciones resultantes, se determinó el diámetro medio y el diámetro correspondiente a cada moda.

La determinación del tamaño de partícula, en la muestra a 60°C , no se pudo realizar sin cizallamiento, ya que al momento de elevar la temperatura en el producto era necesario aplicar fuerza mecánica para mejorar la transferencia de calor, a través del mezclado, logrando así un cizallamiento no requerido

B. Caracterización del comportamiento viscoelástico

Pruebas de cizalla oscilatoria

Las pruebas de cizalla oscilatoria se evaluaron en el Reómetro Physica MCR 301, Anton Paar, Austria, utilizando una geometría de cono de 75 mm de diámetro con ángulo de 1 grado, el reómetro aplica deformaciones pequeñas en forma sinusoidal en una determinada área de muestra, que depende de la geometría utilizada.

Se utilizó un programa de dos etapas consecutivas:

- 1) Delimitación de la zona de viscoelasticidad lineal, con un barrido de deformación en un intervalo de 0.01 a 1% (21 puntos), manteniendo la velocidad angular constante de 1 rad/s.
- 2) Manteniendo una deformación constante dentro de la zona de viscoelasticidad lineal, se realizó un barrido de velocidad angular en un intervalo de 1-100 rad/s (25 puntos).

No fue posible determinar los módulos en la temperatura de 60°C , porque la muestra era muy fluida y la geometría disponible estaba fuera del intervalo de medida.

C. Caracterización del comportamiento al flujo

Se realizaron pruebas reológicas de tipo rotacional, en un Reómetro Physica MC-I, Anton Paar, Alemania, empleando geometría de cilindros concéntricos (Z3) de 25 mm de diámetro, realizando tres replicas para cada prueba.

Principio de funcionamiento: Se transfiere cantidad de movimiento en la muestra desde el cilindro que gira a una velocidad de rotación, hasta la pared del cilindro que contiene la muestra. Se mide el torque del motor requerido para moverla y se transforma a esfuerzo de cizalla por una constante, dependiendo de las dimensiones de la geometría utilizada. La velocidad de rotación se transforma en velocidad de cizalla con la constante de proporcionalidad respectiva, que también depende de las dimensiones de la geometría (Martínez Padilla, 2012).

Se aplicaron 3 programas de cizallamiento en muestras diferentes bajo las siguientes condiciones de prueba:

- a) Ascenso-descenso de velocidad de cizalla: Se aplicó un programa de ascenso-descenso de la velocidad de cizalla de 0 a 1000 s^{-1} para cada muestra y se obtuvo el esfuerzo de cizalla correspondiente, para evidenciar la dependencia con el tiempo de cizallamiento a la temperatura de 5, 25 y 60°C .
- b) Barrido de esfuerzo de cizalla: Se aplicó un barrido de esfuerzo de cizalla de 1.85-35 Pa, se registró la deformación y la velocidad de cizalla correspondiente a 5, 25 y 60°C , para determinar el esfuerzo de cedencia por el método estático.
- c) Precizallamiento: Se empleó un programa de precizallamiento a 1000 s^{-1} por un periodo de tiempo de 20 min seguido de descenso-ascenso de velocidad de cizalla a una temperatura de estudio de 5° , 25° y 60°C , para calcular los parámetros reológicos en la curva de equilibrio.

2.2.3. Tratamiento estadístico

Se determinó el promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación (%) a la variable de respuesta o de los parámetros que definen la función de la variable de respuesta de cada una de las tres réplicas.

CAPITULO III. ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1. Tamaño de partícula

3.1.1 Crema A

El tamaño de partícula de la fase dispersa que compone una emulsión es una de las características más importantes, ya que éste determinará la apariencia de la emulsión y tiene un efecto significativo sobre la reología y estabilidad de la misma, es por ello que se realizó dicha prueba.

En la Figura 3.1 se presenta la distribución de tamaño de partícula, resultado de la medición de la crema A sin cizallamiento a la temperatura de 5°C, mostrando una distribución monomodal, con mayor proporción de partículas con un diámetro aproximado de 11 μm .

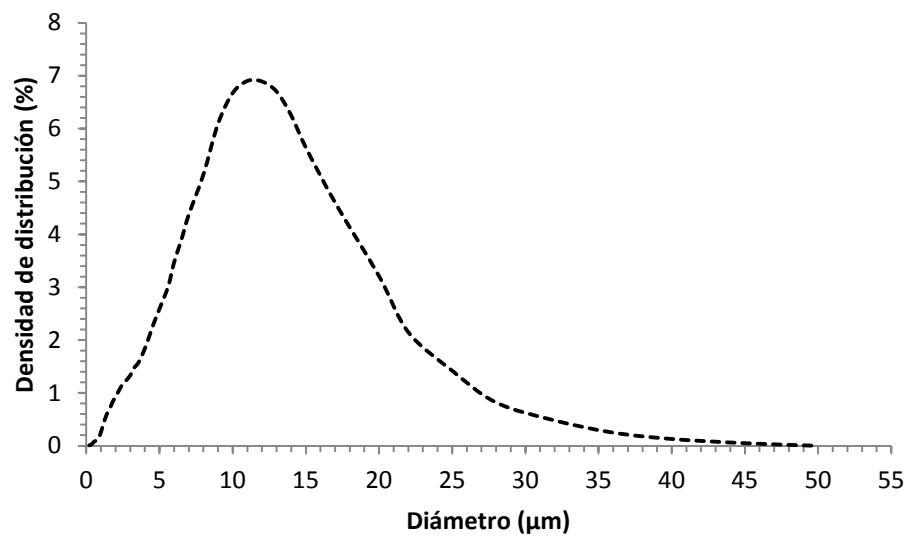


Figura 3.1 Distribución del tamaño de partícula de la crema A a 5°C, sin ultrasonido.

En la crema A a 5°C, después de aplicar el cizallamiento de 1000 s^{-1} se observó que existe una distribución bimodal (Figura 3.2), obteniéndose dos poblaciones de partículas, cuyos valores en los puntos máximos de la curva de distribución, fueron de 10 μm y 93.3 μm .

Las partículas de mayor tamaño pueden corresponder a agregados de partículas o a partículas coalescidas, que se formaron por la aplicación del cizallamiento en la emulsión, ya que se indujo mayor contacto directo entre las gotas.

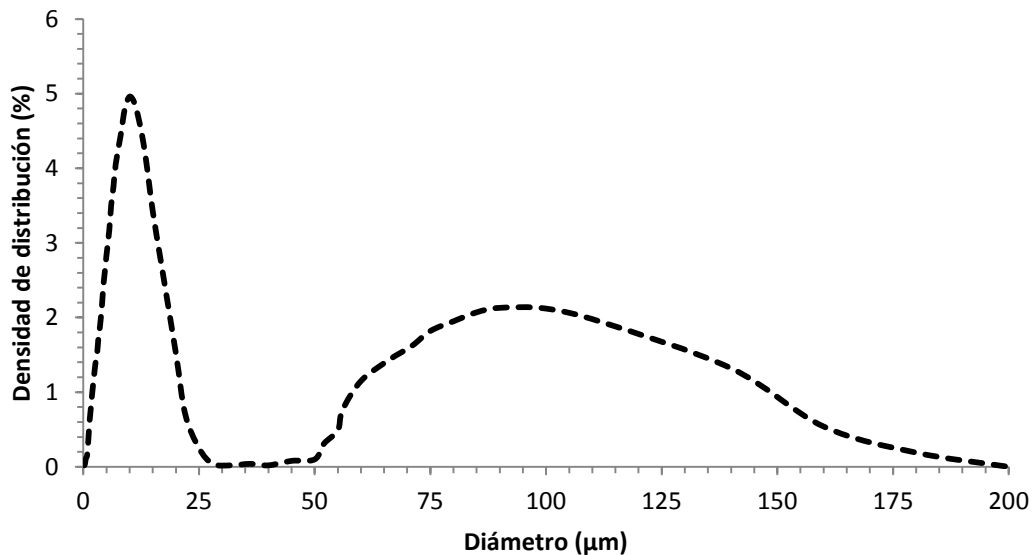


Figura 3.2. *Distribución de tamaño de partícula para la crema A a 5°C cizallada, sin ultrasonido.*

Esta formación de agregados se puede atribuir a dos procesos de desestabilización, al de coalescencia parcial o al de floculación de glóbulos. En el caso de la coalescencia parcial, la fase lipídica pudo haber cristalizado parcialmente por la baja temperatura, y los cristales de una gota pudieron haber sobresalido y penetrado en la interfase de otra, uniéndose por interacciones hidrofóbicas (Márquez, 2005b; Leal Calderón y col., 2007).

A la temperatura de 25°C, la crema A presentó distribución monomodal, con una moda de 16.3 µm, y al aplicar trabajo mecánico (cizallamiento), provocó una disminución en el tamaño de partícula, presentando una moda de 13 µm. En este caso el cizallamiento provocó una disminución del tamaño de flóculo, aunque en una menor proporción que a 5°C, implicando una menor interacción atractiva entre los glóbulos a 25°C.

La muestra sin cizallar a 60°C no se llevó a cabo, debido a que al elevar la crema láctea a dicha temperatura era necesario involucrar un cizallamiento no requerido.

La distribución de tamaño en la muestra cizallada a 60°C presentó 2 poblaciones de partículas, cuyas modas poblacionales fueron de 13.7 μm y de 153.3 μm . El aumento de temperatura, en términos generales, se opone a la estabilidad, que en conjunto con la elevada velocidad de cizalla aplicada (1000 s^{-1}) involucra un incremento de energía cinética, con lo cual se facilitó la coalescencia o agregación de partículas (Márquez, 2005c).

En el Cuadro 3.1 se resumen los valores de las modas poblacionales discutidas previamente, obtenidas en la crema A a 5, 25 y 60°C con y sin aplicar cizallamiento. Así mismo, se presentan los resultados después de aplicar ultrasonido en el mismo analizador de partícula, lo anterior con la finalidad de evidenciar la presencia de agregados o flóculos, lo que provoca la ruptura de enlaces o interacciones débiles presentes en las partículas de la crema láctea.

Al momento de aplicar ultrasonido en las muestras sin cizallar a 5 y 25°C, se observó una disminución del tamaño de partícula para ambas temperaturas, entre la muestra sin y con ultrasonido. Cabe mencionar que a 5°C se obtuvo un valor de tamaño de partícula menor (10.7 μm).

Se observaron distribuciones monomodales en el caso de las muestras cizalladas, con la aplicación de ultrasonido, con modas de 10, 9 y 12.7 μm para las temperaturas de 5, 25 y 60°C respectivamente. Lo que confirma la presencia de flóculos en la crema cizallada, a 5 y 60°C. Mientras que en la crema en donde no se modificó la temperatura (25°C), a pesar de haberla cizallado, se detectaron flóculos pequeños o glóbulos de tamaño micrométrico, que al aplicar ultrasonido disminuyeron su tamaño de 13 a 9 μm , siendo este último valor, el tamaño más pequeño registrado en la muestra.

Cuadro 3.1. *Valores promedio de la moda poblacional, antes y después de aplicar cizallamiento mecánico, con y sin ultrasonido, a 5, 25 y 60°C de la crema A (\pm desviación estándar).*

CREMA A - 5°C					
SIN CIZALLAR			CIZALLADA		
SIN ULTRASONIDO	CON ULTRASONIDO		SIN ULTRASONIDO	CON ULTRASONIDO	
	P1	P1	P1	P2	P1
PROMEDIO (μm)	11 (± 0.0)	10.7 (± 0.6)	10 (± 0.0)	93.3 (± 5.8)	10 (± 0.0)
CREMA A - 25°C					
SIN CIZALLAR			CIZALLADA		
SIN ULTRASONIDO	CON ULTRASONIDO		SIN ULTRASONIDO	CON ULTRASONIDO	
	P1	P1	P1		P1
PROMEDIO (μm)	16.3 (± 1.2)	11 (± 0.0)	13 (± 0.0)		9 (± 0.0)
CREMA A - 60°C					
SIN CIZALLAR			CIZALLADA		
SIN ULTRASONIDO	CON ULTRASONIDO		SIN ULTRASONIDO	CON ULTRASONIDO	
	-	-	P1	P2	P1
PROMEDIO (μm)	-	-	13.7 (± 0.6)	153.3 (± 9.5)	12.7 (± 0.6)

3.1.2 Crema B

En el caso de la crema B, se muestra en la Figura 3.3 la distribución de tamaño de partícula de tipo multimodal obtenida a 5°C sin la aplicación del cizallamiento. Se observaron 3 diferentes tipos de población de 3.6 μm (correspondiente probablemente al diámetro de glóbulo de grasa), 13 y 96.7 μm , estos dos últimos valores confirman la presencia de agregados de glóbulos de grasa, ya que se encuentran reportados valores entre 3 y 4 μm , como tamaño característico de los glóbulos en la crema de vaca (Morin y col., 2007).

Cuando se aplica el cizallamiento a una velocidad constante (1000 s^{-1}) a 5°C (Figura 3.4), continúan manteniéndose 3 poblaciones de 3, 13 y 86 μm , pudiéndose tratar de tamaños de gotas individuales (3-4 μm), así como también, gotas agregadas (13 y 90 μm aproximadamente) que no lograron ser perturbadas por el trabajo mecánico realizado. En este caso la cizalla no afecta al tamaño de partícula bajo las condiciones establecidas.

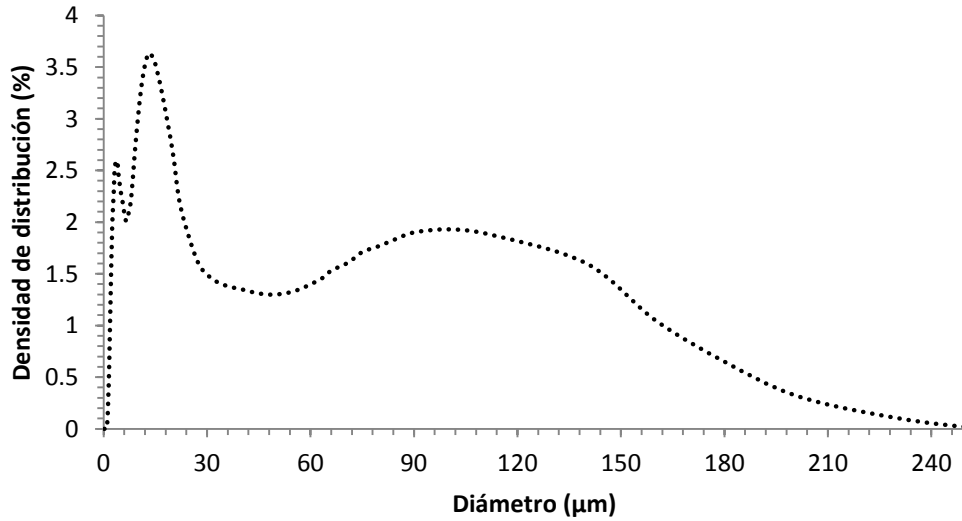


Figura 3.3 Distribución de tamaño de partícula para la crema B a 5°C, sin ultrasonido.

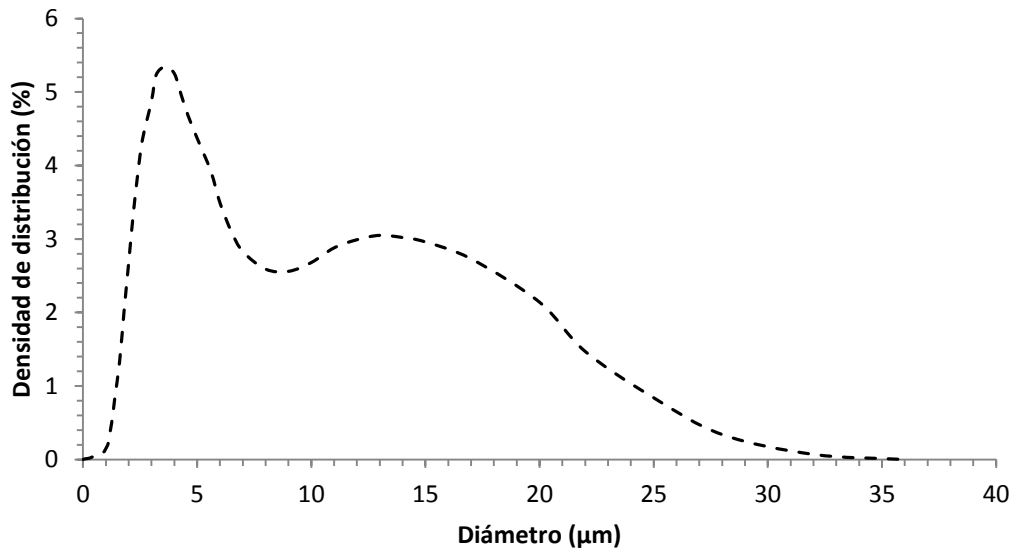


Figura 3.4 Distribución de tamaño de partícula para la crema B a 5°C, con ultrasonido.

A la temperatura de 25°C sin la aplicación del cizallamiento, se obtuvo una distribución multimodal con valores de 4, 13 y 112 μm , similares a la temperatura de 5°C. Al momento de aplicar el cizallamiento, se tuvo como resultado sólo dos

poblaciones de partículas, 12 y 112 μm , evidenciando un ligero efecto del cizallamiento a esta temperatura.

Por la razón antes mencionada no se realizó la prueba sin cizallamiento a 60°C. Así mismo, cuando la crema láctea se elevó a ésta temperatura y se aplicó un velocidad de cizalla constante, resultó un comportamiento multimodal con modas de 3.2, 12 y 140 μm , comportamiento característico de esta crema.

En el Cuadro 3.2 se muestra la distribución comparativa de tamaño de partícula sin y con ultrasonido de la crema B, en la muestra inicial y con cizallamiento.

Cuadro 3.2. *Valores promedio de la moda poblacional, antes y después de aplicar cizallamiento mecánico, con y sin ultrasonido, a 5, 25 y 60°C de la crema B (\pm desviación estándar).*

CREMA B - 5°C										
SIN CIZALLAR						CIZALLADA				
SIN ULTRASONIDO				CON ULTRASONIDO		SIN ULTRASONIDO			CON ULTRASONIDO	
	P1	P2	P3	P1	P2	P1	P2	P3	P1	P2
PROMEDIO (μm)	3.6 (± 0.0)	13 (± 0.0)	96.7 (± 5.8)	3.6 (± 0.0)	13 (± 0.0)	3 (± 0.0)	13 (± 0.0)	86.7 (± 2.9)	2.6 (± 0.0)	13 (± 0.0)
CREMA B - 25°C										
SIN CIZALLAR						CIZALLADA				
SIN ULTRASONIDO				CON ULTRASONIDO		SIN ULTRASONIDO			CON ULTRASONIDO	
	P1	P2	P3	P1		P1	P2	P1		
PROMEDIO (μm)	4 (± 0.0)	13 (± 0.0)	112 (± 0.0)	3.6 (± 0.0)		12 (± 0.0)	112 (± 0.0)	13 (± 0.0)		
CREMA B - 60°C										
SIN CIZALLAR						CIZALLADA				
SIN ULTRASONIDO				CON ULTRASONIDO		SIN ULTRASONIDO			CON ULTRASONIDO	
	-			-		P1	P2	P3	P1	P2
PROMEDIO (μm)	-			-		3.2 (± 0.0)	12 (± 0.0)	140 (± 0.0)	3.2 (± 0.0)	13 (± 0.0)

Al utilizar ultrasonido, mediante la aplicación de ondas de baja amplitud, en las muestras a 5°C, se provocó una disgregación de partículas de 96.7 μm , quedando una distribución de tipo bimodal, donde los puntos máximos registrados fueron 3.6 y 13 μm .

A temperatura ambiente, con ultrasonido se obtuvo una distribución monomodal, cuyo valor promedio de la moda fue de $3.6 \mu m$.

A la temperatura de $25^{\circ}C$ después de aplicarle el ultrasonido, se mantuvo presente únicamente la moda poblacional de $13 \mu m$.

El comportamiento multimodal observado para la crema láctea a $60^{\circ}C$ fue similar al detectado a la temperatura de $5^{\circ}C$, pero con partículas o agregados de mayor tamaño, encontrando valores de $140 \mu m$. Al igual que en las otras muestras, para estas dos temperaturas existió la disgregación de agregados por efecto del ultrasonido, obteniéndose distribuciones bimodales con tamaños de partícula entre 3.2 y $13 \mu m$.

La crema A se caracterizó por presentar partículas grandes o agregados entre 11 y $16 \mu m$ (sin cizallar) mientras la crema B presentó dos tipos de poblaciones representativas de 3.6 y $13 \mu m$ (sin y con cizallamiento). Para ambas muestras se observó que al disminuir la temperatura el tamaño de partícula o agregados disminuyó ligeramente en la crema B y en mayor proporción en la crema A. El cizallamiento influyó en la deformación de las partículas de tal manera que se pudo haber ocasionado un desprendimiento de las macromoléculas adheridas a los glóbulos, logrando así un menor tamaño en las partículas que conformaron ambos sistemas.

El cizallamiento aplicado provocó la agregación de flóculos de mayor tamaño para la crema A, los cuales fueron desintegrados con la aplicación del ultrasonido, mientras para la crema B, el ultrasonido fue más eficiente para poder disgregar los agregados o flóculos de mayor tamaño.

3.2. Caracterización reológica del comportamiento viscoelástico

3.2.1 Crema A

La Figura 3.5 muestra los valores del módulo de almacenamiento y del módulo de pérdida en función de la frecuencia, que fueron obtenidos dentro de la zona de viscoelasticidad lineal (0.05%), a la temperatura de $5^{\circ}C$, para la crema A. Esta

crema tiene un comportamiento característico de un sólido viscoelástico, donde predominó el carácter elástico, con valores del módulo de almacenamiento superiores a los del módulo de pérdida en todo el intervalo de frecuencia estudiado ($G' > G''$). Se observa poca dependencia de ambos módulos con la frecuencia, al igual que lo reportado por Márquez y col., 2005c en cremas vegetales y con grasa láctea.

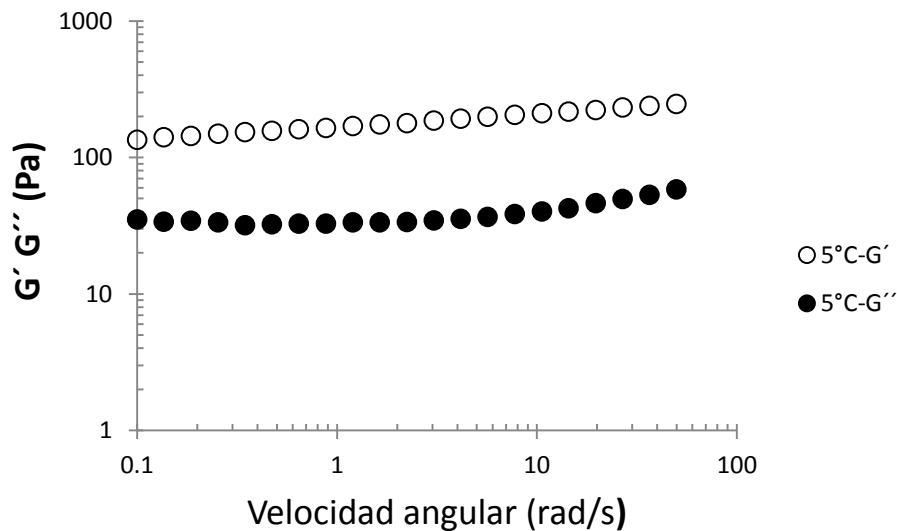


Figura 3.5 Espectro mecánico de crema A a 5 °C.

En la Figura 3.6 se observa el espectro mecánico de la crema A a la temperatura de 25°C, mostrando una disminución en la magnitud de ambos módulos, siendo más marcado para el comportamiento viscoso, lo que conlleva a la crema a presentar una apariencia más fluida, este descenso de los módulos se le puede atribuir a la disminución de viscosidad característico por el aumento de la temperatura, que provoca un incremento en la movilidad de las moléculas dentro de la estructura de la misma. Se observa una mayor dependencia de G' con la frecuencia.

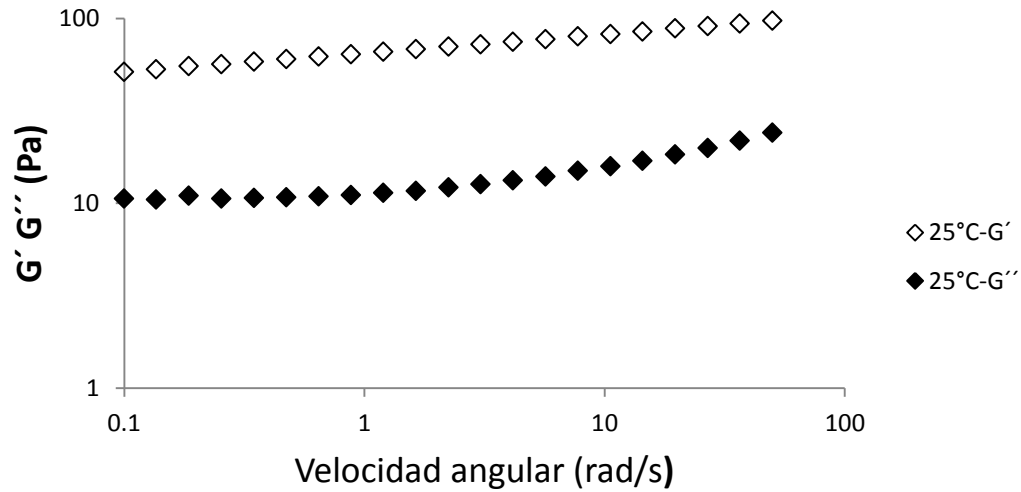


Figura 3.6. *Espectro mecánico de crema A a 25 °C.*

3.2.2 Crema B

Como se muestra en la Figura 3.7, la crema B, presentó también un comportamiento viscoelástico a baja temperatura. Sin embargo, la diferencia entre módulos fue menor, y se observa una mayor dependencia de G' con la frecuencia, comparado con la crema A.

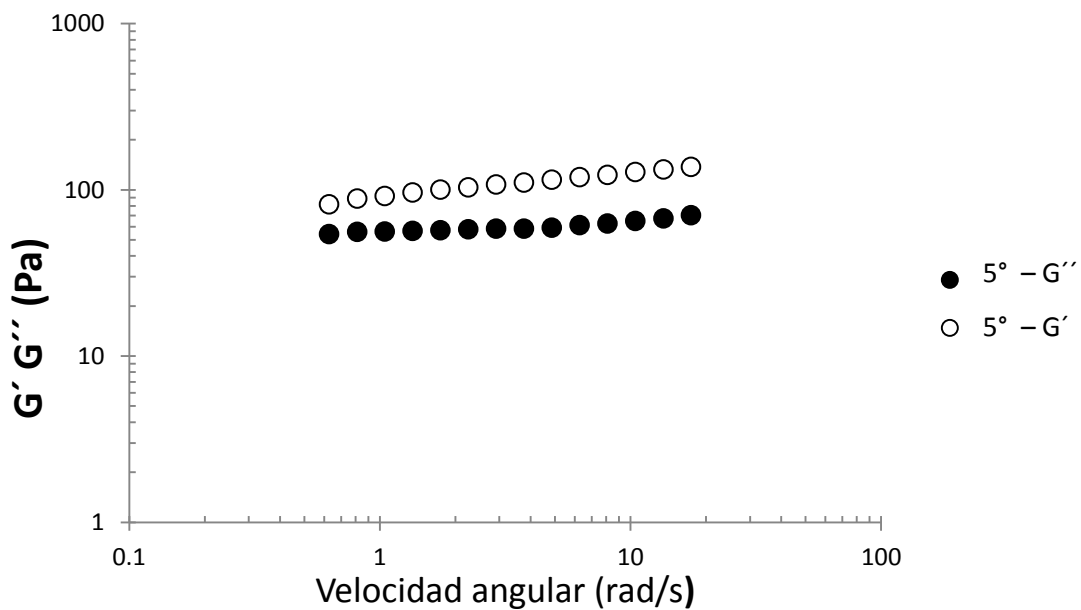


Figura 3.7 *Espectro mecánico de crema B a 5 °C.*

En el espectro mecánico obtenido a 25°C (Figura 3.8), se pueden observar módulos menores y una mayor dependencia de los mismos con la frecuencia, al compararla con las muestras de la crema A, además de que hay menos separación entre módulos. La elevación de temperatura, modifica la estructura interna del sistema, mostrando un cambio hacia un material más fluido, con poco predominio del componente elástico sobre el viscoso.

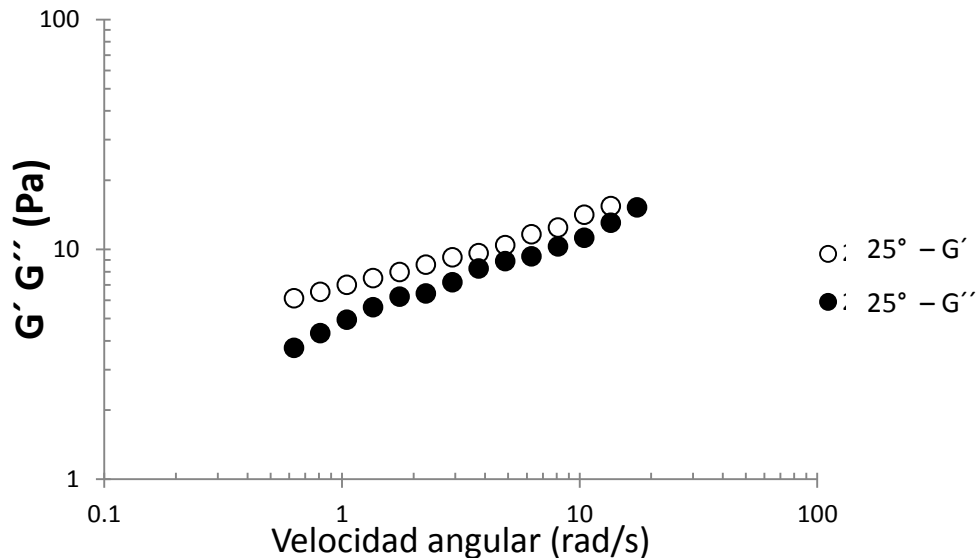


Figura 3.8 Espectro mecánico de crema B a 25 °C.

Se realizó la comparación de los dos diferentes sistemas estudiados, a la misma temperatura (Figura 3.9), y se confirmó que el módulo de almacenamiento siempre fue superior al módulo de pérdida para ambos sistemas. La crema A presentó mayor separación entre los módulos, característico de un sistema sólido tipo emulsión concentrada, mientras que la crema B presentó un carácter menos sólido, de material viscoelástico, ya que la separación entre los módulos fue menor con respecto a la crema A, en este caso se puede considerar que la crema A es un sistema altamente estructurado comparado con la crema B a baja temperatura.

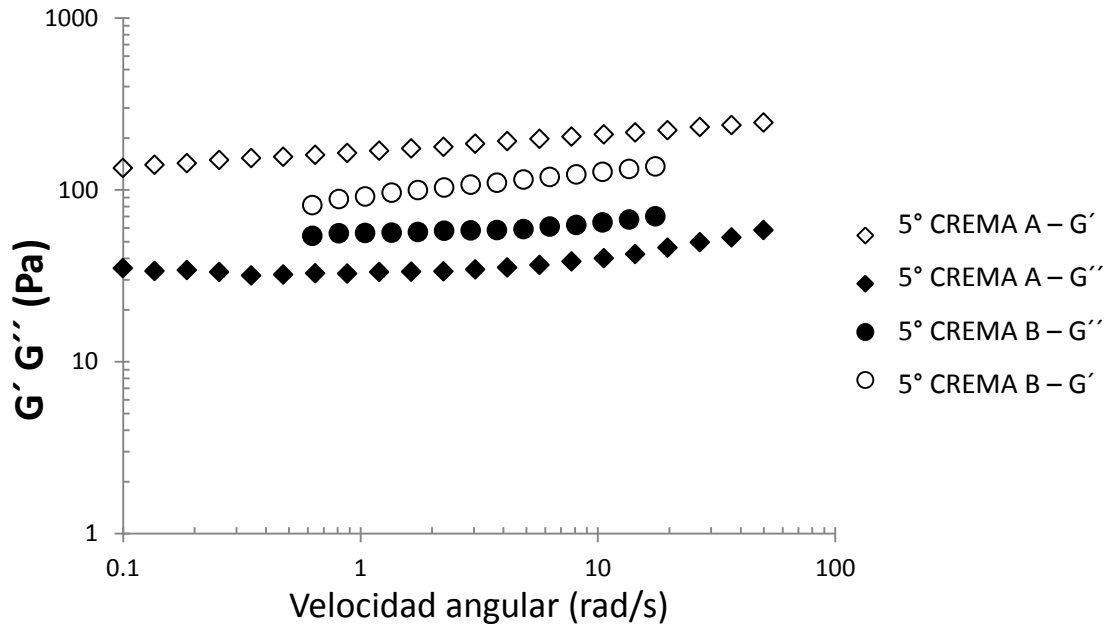


Figura 3.9 *Espectro mecánico de crema A y B a 5 °C.*

En la Figura 3.10, se muestra la comparación del espectro mecánico de ambas cremas a 25°C, se puede confirmar que la crema A conservó el carácter sólido a temperatura ambiente ya que el valor de los módulos fue mayor y presentaron poca dependencia con la frecuencia. Por otro lado, la crema B, mostró un comportamiento fluido a temperatura ambiente, demostrado por la fuerte dependencia de los módulos con la frecuencia, y las magnitudes de los módulos menores a los presentados por la crema A.

El comportamiento característico de sólido viscoelástico, se puede deber a la existencia de grandes partículas que se encuentran en el sistema, tales como: flóculos o agregados de glóbulos de grasa (que se confirmó en las pruebas de tamaño de partícula que se encuentran agregados), proteínas, polisacáridos, entre otros. Las cremas comerciales son sistemas complejos en donde es posible la formación de redes temporales, ya sea por la adición de un polisacárido gelificante o por la alineación de los glóbulos o agregados en forma de red tridimensional, que al aumentar la temperatura se rompen las interacciones que las mantienen unidas, causando que el módulo elástico disminuya, en una mayor proporción que el módulo viscoso (McClements, 2005).

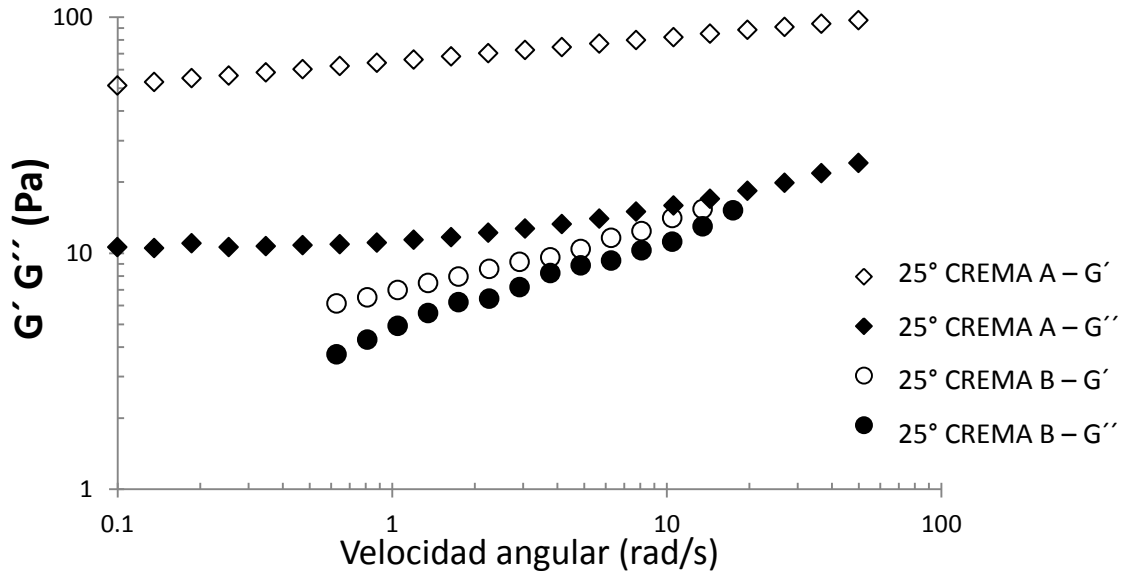


Figura 3.10 *Espectro mecánico de crema A y B a 25°C.*

3.3 Caracterización reológica bajo cizalla rotacional

3.3.1 Ascenso-descenso de velocidad de cizalla

Esta prueba se realizó con la finalidad de describir el comportamiento reológico aproximado de las cremas lácteas en estudio.

Crema A

En la Figura 3.11 se muestran las tres repeticiones de la curva de flujo, obtenidas para la crema A a 5°C, aplicando el programa de velocidad de cizalla ascendente-descendente. Se observó que la curva de ascenso está por arriba de la de descenso, mostrando una relación no lineal, es decir, la viscosidad no permanece constante sino que está en función de la velocidad de cizalla y el tiempo de cizallamiento, mostrando el comportamiento característico de un fluido dependiente del tiempo, presentando un bucle de histéresis.

En la curva de flujo de ascenso se observa también que se requiere de un esfuerzo de cedencia para comenzar a fluir, mientras que en la de descenso ya no se detecta el esfuerzo de cedencia.

Las gráficas presentaron repetibilidad entre ellas, ya que se puede observar que se encuentran superpuestas entre sí. El mismo comportamiento se presenta en las temperaturas de 25 y 60°C.

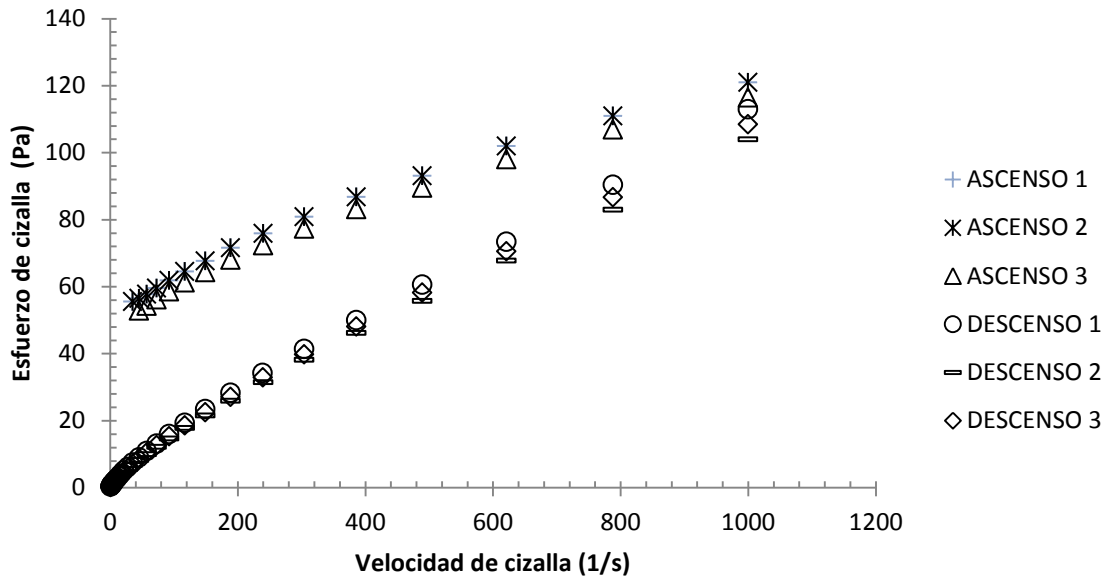


Figura 3.11 Curva de flujo de crema A a 5°C.

En la Figura 3.12 se muestra el comparativo de las curvas de flujo ascenso-descenso a las tres temperaturas de estudio, presentando una relación inversa entre la histéresis y el aumento de la temperatura.

También se puede observar en las curvas individuales, la tendencia característica de un material fluidificante a la cizalla, por lo que el resultado del aumento de la velocidad de cizalla, implica una destrucción de estructura de estos sistemas complejos, provocada por la ruptura de enlaces tipo puente de hidrógeno, estructura secundaria o terciaria en proteínas, o agregados de partículas, que siendo de menor tamaño, se orientan en dirección del flujo, por consiguiente las pendientes individuales en la curva de flujo disminuyen y por lo tanto su viscosidad (Camacho y col., 2005).

También se observa una disminución del esfuerzo de cizalla por el incremento la temperatura. En emulsiones concentradas, modeladas por la ley de la potencia, se

ha reportado que la disminución del índice de consistencia por efecto de la temperatura, es una consecuencia de la disminución de la fricción interna de los glóbulos de grasa, que se encuentran densamente empacados, deformándose con mucha facilidad al aplicar una fuerza y un aumento de la temperatura (Sánchez y col., 2000).

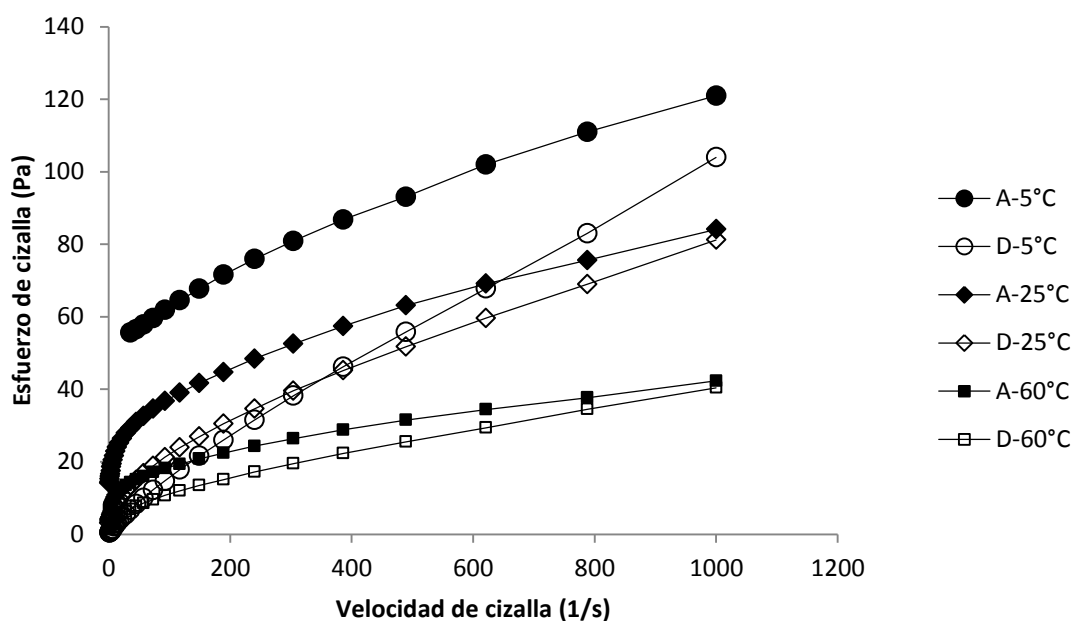


Figura 3.12 Curva de flujo de crema A a 5, 25 y 60°C.

Con la finalidad de obtener el comportamiento aproximado, las curvas de flujo se ajustaron a diferentes modelos reológicos, siendo el de Herschel-Bulkley y el de la Ley de la Potencia, los que presentaron coeficientes de determinación superiores a 0.98, las cuales se deberán tomar con reserva, ya que dependen fuertemente de las condiciones de cizallamiento aplicado. En el Cuadro 3.3 se presentan los parámetros reológicos correspondientes de cada curva de la crema A a las diferentes temperaturas de estudio, en un intervalo de velocidad de cizalla de 0 a 1000 s⁻¹. El modelo de Herschel-Bulkley permitió caracterizar la naturaleza reológica de la crema A en la curva de ascenso a 5°C y ascenso-descenso a temperatura de 25°C. Mientras que el modelo de la potencia fue el característico de la curva de descenso a 5°C y de las curvas ascenso-descenso a 60°C.

Cuadro 3.3. Parámetros reológicos y modelos de media crema A a 5, 25 y 60°C

TEMPERATURA	PARÁMETROS	CURVA DE ASCENSO		CURVA DE DESCENSO	
		PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
5°C	n (-)	0.27	0.05	0.45	0.01
	K (Pa.s ⁿ)	5.96	0.2	3.12	0.04
	σ_0 (Pa)	45	5	-	-
25°C	n (-)	0.36	0.02	0.53	0.05
	K (Pa.s ⁿ)	3.84	1.73	1.97	0.47
	σ_0 (Pa)	9.33	1.15	2	1
60°C	n (-)	0.72	0	0.82	0.01
	K (Pa.s ⁿ)	5.40	0.2	0.45	0.15

El índice de consistencia fue mayor a 5°C y disminuyó a la temperatura de 25°C, ambas cremas lácteas se caracterizaron con el modelo de Herschel-Bulkley, presentando también un mayor esfuerzo de cedencia a 5°C al compararlo con la temperatura de 25°C; el índice de comportamiento al flujo determinado para estas temperaturas fue el de un material altamente fluidificante y aumentó ligeramente al incrementar la temperatura. A 60°C, se obtuvo un fluido Potencia en donde su valor de índice de consistencia fue de 5.40 Pa·sⁿ y el índice de comportamiento al flujo de 0.72 (menos dependiente de la velocidad de cizalla).

Es importante mencionar que esta prueba es menos repetible y se obtienen desviaciones estándar mayores que por otro método, atribuido al carácter tixotrópico de la muestra y la dificultad de tener siempre la misma estructura inicial.

Desde el punto de vista industrial, la disminución en la viscosidad de la crema láctea con la velocidad y el tiempo de cizalla facilitaría el flujo y el intercambio de calor durante el procesamiento. Además, los fluidos con baja viscosidad tienen menores pérdidas de cabezal durante el flujo, resultando en poca demanda de energía para el proceso (Valiente, 2002).

Crema B

En la Figura 3.13 se muestra la curva de flujo para la crema B a 5°C, evidenciando también un comportamiento de flujo no newtoniano de tipo fluidificante, la cual muestra un esfuerzo de cedencia sólo en la curva de ascenso, presentando un valor mayor con respecto a la crema A en las mismas condiciones; a baja temperatura parte de los glóbulos de grasa se cristalizan y provocan que vuelva notoriamente más rígido al sistema. Así mismo la viscosidad fue disminuyendo al aplicar una velocidad de cizalla, acto seguido vuelve a aumentar al cesar dicha velocidad de cizalla debido a la reconstrucción de sus estructuras y al retraso que se produce para adaptarse al cambio, es entonces que aparece el fenómeno de histéresis, mismo que se presentó para la crema A.

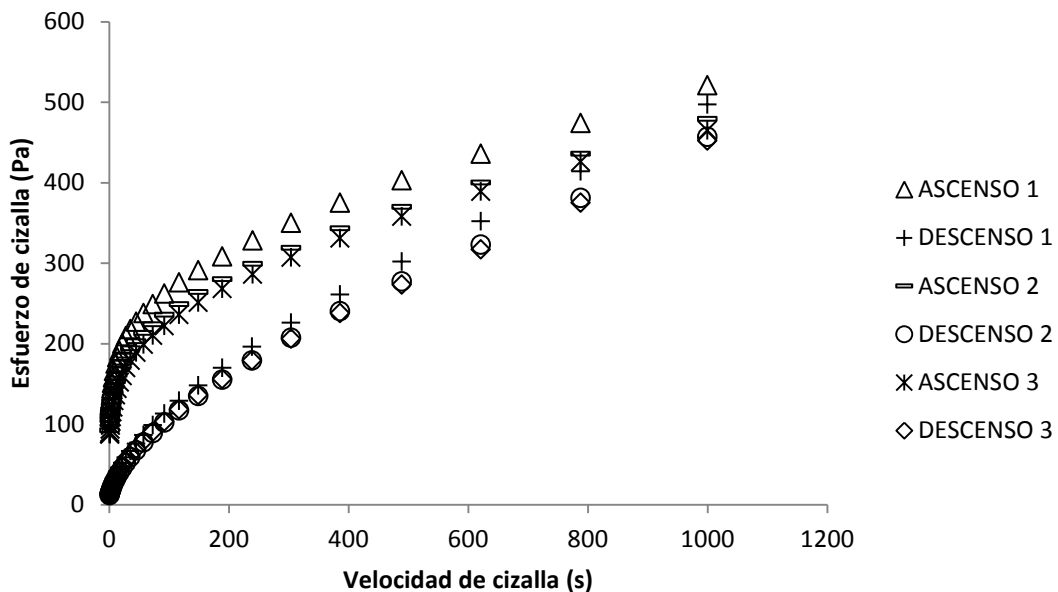


Figura 3.13 Curva de flujo de crema B a 5°C.

Al momento de realizar la comparación de dichas curvas a diferentes temperaturas de prueba se presentó un aumento del esfuerzo de cizalla con el incremento de la velocidad de cizalla y una disminución del mismo con el parámetro temperatura (Figura 3.14).

Además se puede observar que el fenómeno de histéresis (entre la curva de ascenso-descenso) va disminuyendo con respecto a la temperatura de prueba.

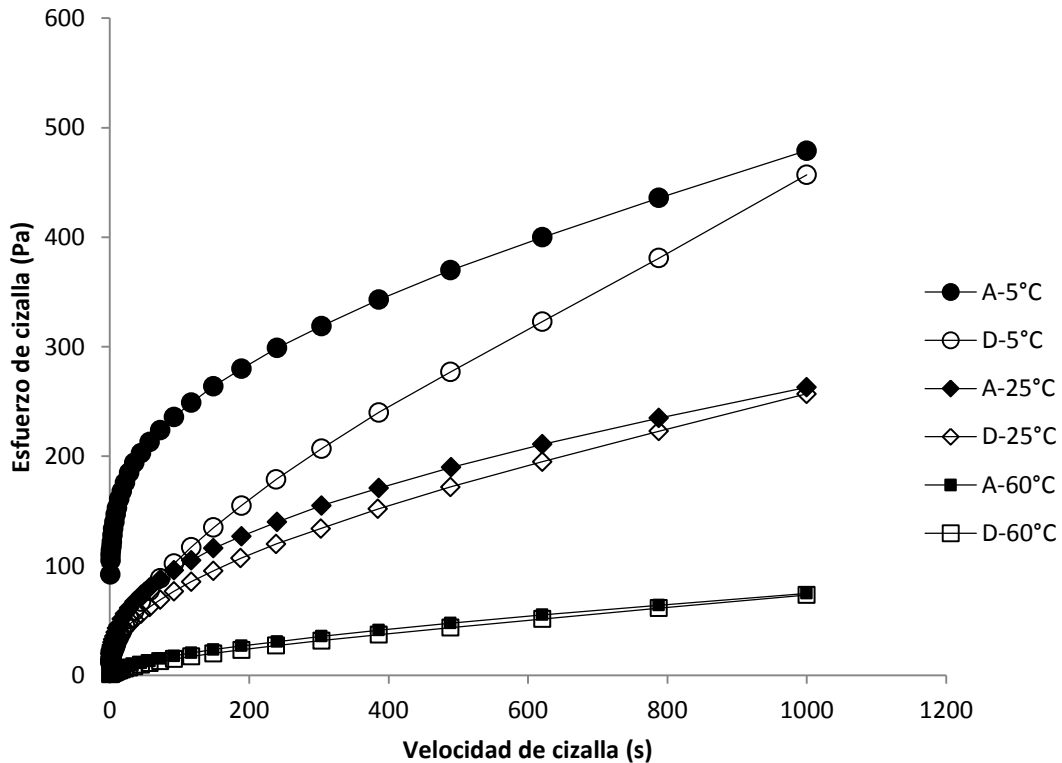


Figura 3.14 Curva de flujo de crema B a 5, 25 y 60°C.

A partir de las curvas de flujo obtenidas se estimaron los parámetros del modelo reológico que mejor ajustó a los datos experimentales, los cuales se presentan en el Cuadro 3.4, índice de comportamiento (n), índice de consistencia (K) y esfuerzo de cedencia (σ_0) para cada temperatura, como en el caso de la crema A.

A la temperatura de 5°C se ajustó al modelo de Herschel-Bulkley con un esfuerzo de cedencia de 65 Pa (mayor que el de la crema A), mientras que a 25 y 60°C se obtuvieron fluidos de la Potencia.

Para la temperatura de 25 y 60°C el índice de consistencia disminuyó, lo que confirma que la temperatura es un factor que afecta de manera considerable a la emulsión, ya que al aumentar este parámetro se logra agregar energía al sistema, lo que provoca que las moléculas tengan mayor movilidad y disminuyan sus fuerzas intermoleculares de atracción provocando de esta manera una menor

consistencia a mayores temperaturas; resultados que se confirman con los obtenidos en el comportamiento viscoelástico a las temperaturas de estudio.

Cuadro 3.4. *Parámetros reológicos (n , K y σ_0) del modelo Herschel-Bulkley y Potencia de la crema B a 5, 25 y 60°C.*

TEMPERATURA	PARÁMETROS	CURVA DE ASCENSO		CURVA DE DESCENSO	
		PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
5°C	n (-)	0.33	0.01	0.38	0.0
	K (Pa.sⁿ)	42.5	3.57	5.65	0.58
	σ_0 (Pa)	65	5	8.3	1.52
25°C	n (-)	0.38	0.02	0.41	0
	K (Pa.sⁿ)	17.46	0.44	12.49	0.76
60°C	n (-)	0.52	0.47	0.56	0.0
	K (Pa.sⁿ)	1.54	1.93	1	0.0

De acuerdo con las curvas de flujo obtenidas, las emulsiones de crema láctea estudiadas presentan un comportamiento fluidificante a las temperaturas de 5, 25 y 60°C, debido a que las partículas dispersas únicamente en las emulsiones son deformables por naturaleza con respecto al parámetro temperatura.

3.3.2 Barrido de esfuerzo de cizalla

Crema A

En la Figura 3.15 se muestra una curva característica de la deformación obtenida al realizar un barrido de esfuerzo de cizalla en la crema A a 5°C. En esta figura se determinó el esfuerzo de cedencia, por el método estático, a través de la intersección de dos líneas rectas que definen la dependencia de la deformación con el esfuerzo antes y después del inicio del flujo.

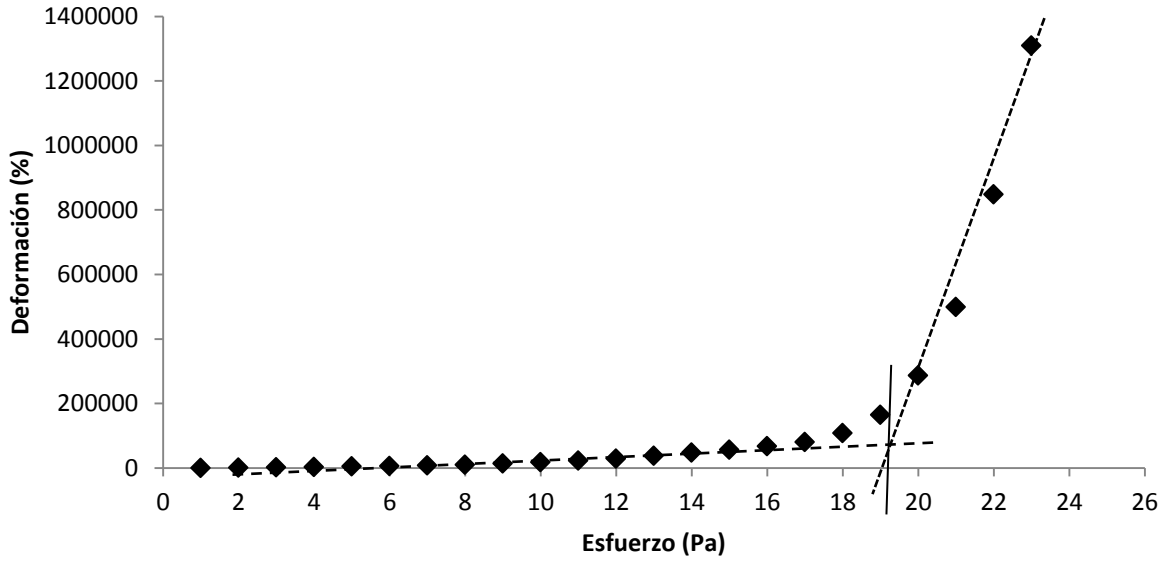


Figura 3.15 Barrido de esfuerzo de cizalla aplicado a la crema A a 5°C.

En esta muestra a pesar de que se deforma rápidamente, se definen claramente una diferencia entre ambas pendientes. Se obtuvo un esfuerzo de cedencia de 19.8 Pa, lo que confirma el comportamiento tipo Herschel-Bulkley, obtenido en las pruebas bajo cizalla estacionaria. En la Figura 3.16, se compara el efecto de las tres temperaturas en la crema A. Se puede observar que el aumentar la temperatura la deformación obtenida aumenta y se reduce el esfuerzo cedencia, calculado.

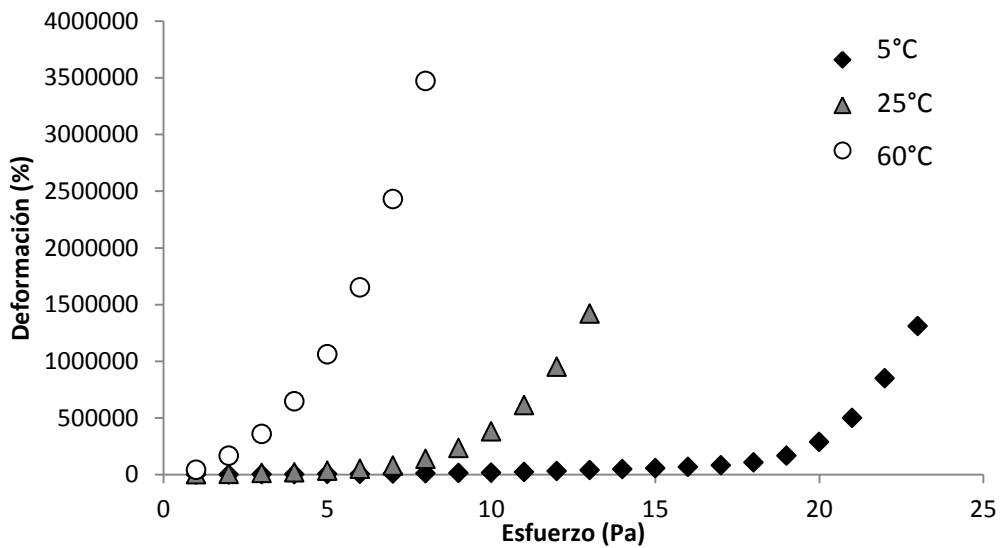


Figura 3.16 Barrido de esfuerzo de cizalla aplicado a la crema A a 5, 25 y 60°C.

Crema B

En el caso de la crema B (Figura 3.17) se presentó un esfuerzo de cedencia mayor para la temperatura de 5 °, y el menor para la temperatura de 60°C, respectivamente.

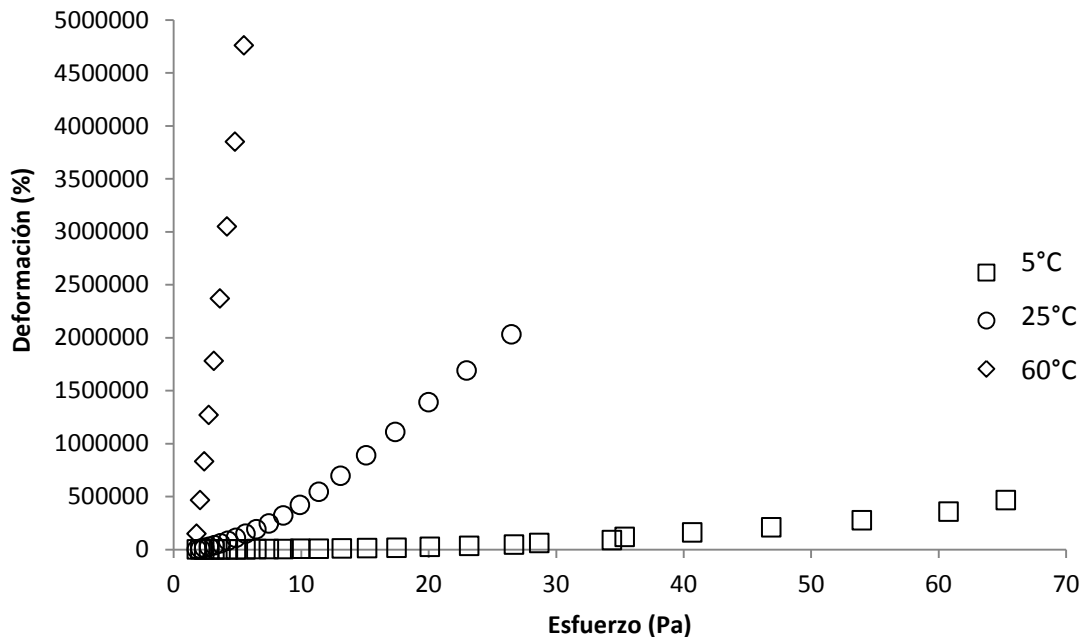


Figura 3.17 Barrido de esfuerzo de cizalla aplicado a la crema B a diferentes temperaturas.

Lo anterior se relaciona con la estructura macromolecular de la crema, ya que a baja temperatura predomina el comportamiento sólido, como se observó en la determinación de propiedades viscoelásticas. Cuando se presenta la deformación por la fuerza externa, y ésta es menor al esfuerzo de cedencia, el material se deforma linealmente con el esfuerzo pero mantiene la forma original, después de sobrepasar el límite parte de la estructura interna empieza a romperse. Una vez sobrepasado el esfuerzo de cedencia, el rompimiento es mayor y el material comienza a fluir.

El valor del esfuerzo de cedencia, es más evidente a bajas temperaturas debido a la movilidad menor de las moléculas, ya que a temperaturas altas existe mayor movimiento Browniano debido al incremento de la energía cinética, provocando

que dichas estructuras se encuentren unidas por enlaces débiles (Badui, 2006), logrando sistemas con menor consistencia.

La prueba se realizó por triplicado para cada una de las muestras a diferentes temperaturas, los resultados se resumen en el Cuadro 3.5, correspondientes a cada muestra. La crema B presentó un esfuerzo de cedencia mayor para las temperaturas de 5° y 25°C, respectivamente, comparadas con los valores obtenidos para crema A bajo las mismas condiciones. Sin embargo, en la crema A, se observó mayor esfuerzo de cedencia a la temperatura de 60°C. Esta diferencia puede ser atribuida a la complejidad de la estructura interna de cada sistema.

Cuadro 3.5. *Valores de esfuerzo de cedencia de la crema A y B a distintas temperaturas.*

Esfuerzo de cedencia (σ_0)				
Temperatura (°C)	Crema A		Crema B	
	PROMEDIO (Pa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	PROMEDIO (Pa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
5°C	18.9	0.87	33.0	1.00
25°C	8.9	0	9.3	0.57
60°C	4.6	0	0	0

El esfuerzo de cedencia determinado por el método estático (barrido de esfuerzo) en esta prueba resultó menor que el obtenido por el método dinámico (curvas de flujo), ya que en el primero se monitorea el cambio de la deformación a menores esfuerzos de cizalla, mientras que por el método dinámico, se registra un esfuerzo de fluencia a través de una aproximación gráfica, con esfuerzos mayores. De igual manera que el observado en la curva de flujo, el esfuerzo de cedencia de la crema A fue menor al registrado en la crema B. Sin embargo, las propiedades viscoelásticas registradas de la crema A resultaron mayores que las de la crema B, debido a que la evaluación se realizó en condiciones menores de deformación, además de la diferencia en la composición de cada crema.

3.3.3 Precizamiento, seguido de descenso-ascenso de velocidad de cizalla

En la Figura 3.18 se muestra la dependencia de la viscosidad del fluido con el tiempo de cizallamiento al aplicar una velocidad de cizalla constante de 1000 s^{-1} , dando como resultado una disminución de la viscosidad comportamiento característico de un fluido dependiente del tiempo de cizallamiento (tixotrópico).

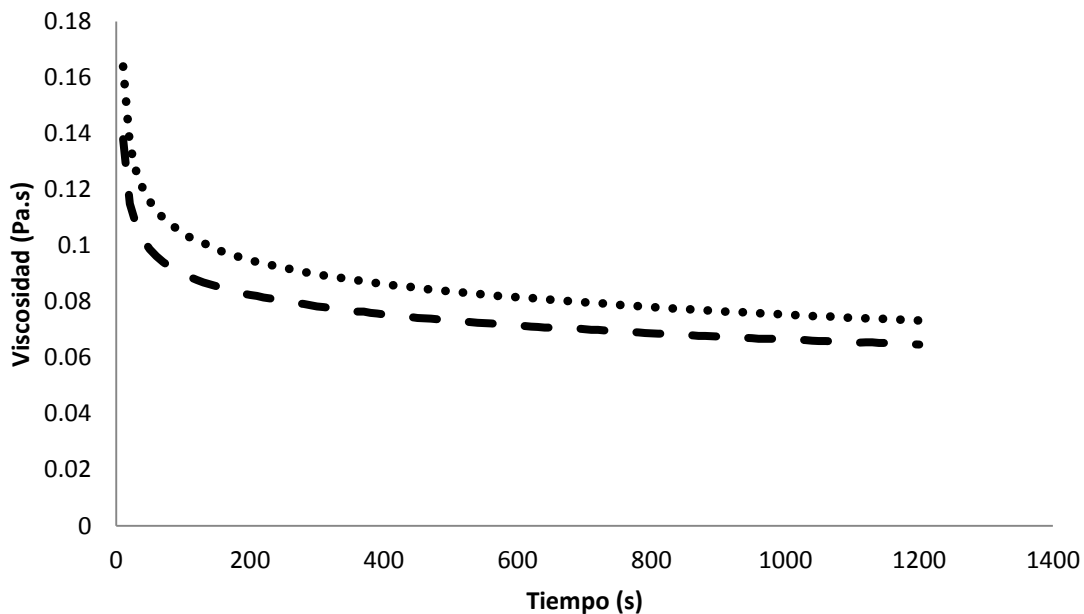


Figura 3.18 Curvas de viscosidad en función del tiempo de cizallamiento a una velocidad constante de 1000 s^{-1} de la crema A a 5°C (3 repeticiones).

Al comparar la variación de la viscosidad con el tiempo de aplicación, se afirma que se están obteniendo fluidos fluidificantes, dependientes del tiempo de aplicación del cizallamiento. Aparte de depender de la velocidad de cizalla y del tiempo de aplicación de la misma, la viscosidad es fuertemente dependiente de la temperatura (Figura 3.19).

Como se mencionó anteriormente la viscosidad disminuye con el aumento de la temperatura, ya que este parámetro propicia un mayor movimiento de las moléculas logrando un reacomodo de las mismas. Conforme aumenta la temperatura, la relación viscosidad y tiempo de aplicación de cizalla, disminuye, como se muestra en la Figura 3.19.

Para la temperatura de 25°C, la viscosidad fue menor comparada con la de baja temperatura, lo que demuestra una vez más que esta propiedad va diferenciar en el comportamiento reológico de dicha muestra.

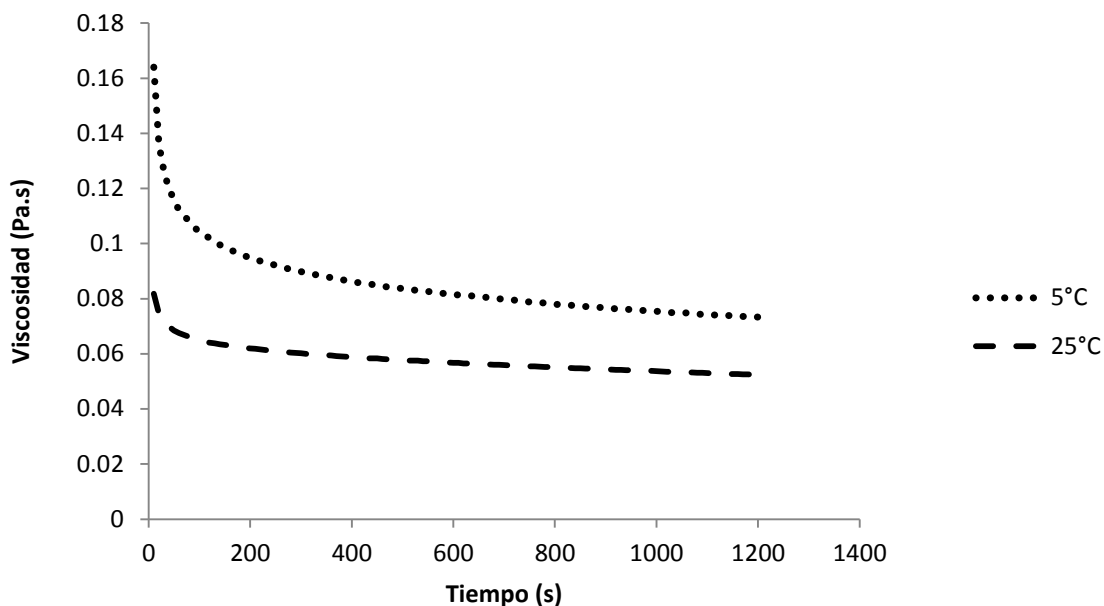


Figura 3.19. Curva de viscosidad en función del tiempo de la crema A a 5 y 25°C.

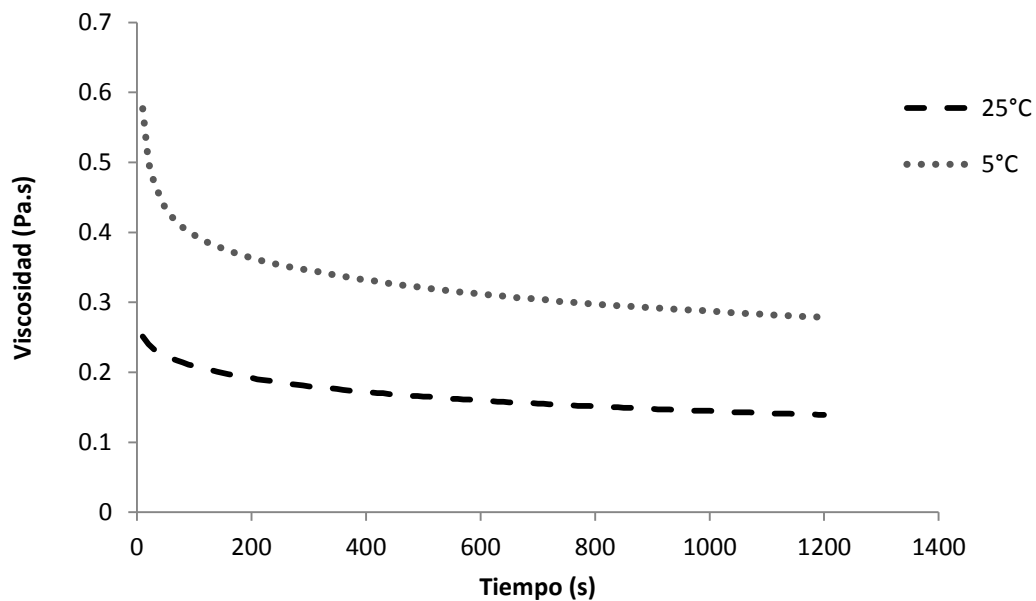


Figura 3.20 Curva de viscosidad en función del tiempo de la crema B a 5 y 25°C.

A 60°C no se realizó la prueba debido a que la temperatura y la elevada velocidad de cizalla en conjunto provocaban que la emulsión se desestabilizara impidiendo realizar la prueba requerida, lo anterior se relaciona con las velocidades de cizalla altas que involucran niveles de energía más elevados que pueden superar las interacciones interpartícula y, por lo tanto, efectuar la destrucción más eficiente de los agregados. En caso extremo se rompe la película de las mismas (coalescencia), se separa la grasa y se invierten las fases (agua/aceite) (Márquez y col., 2005b).

Después de mantener a 1000 s^{-1} el cizallamiento se realizó la curva de flujo descenso-ascenso de velocidad de cizalla (Figura 3.21), en donde se puede apreciar que ambas curvas se sobreponen, denominada curva de equilibrio o independiente del tiempo de cizallamiento. Presentando a 5°C un comportamiento característico de un fluido Bingham, el cual exhibió un pequeño esfuerzo de cedencia, posteriormente un comportamiento lineal, y para la temperatura de 25°C el fluido fue caracterizado por el modelo de la Ley de la Potencia.

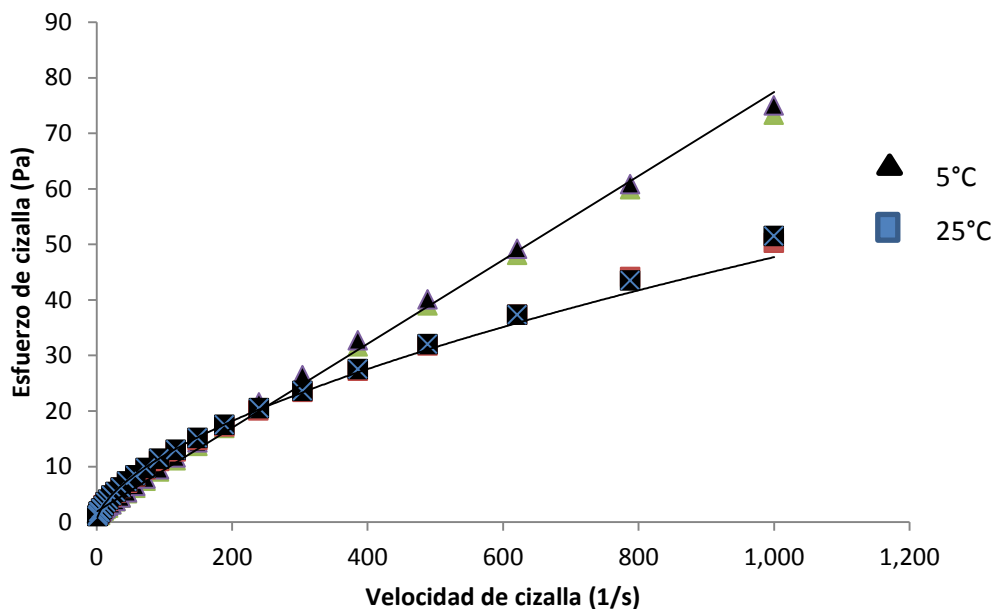


Figura 3.21 Curva de flujo de crema A a 5 y 25°C.

En el Cuadro 3.6, se muestran los parámetros reológicos que definen al fluido, donde se puede observar que el esfuerzo de cedencia presentado para la temperatura de 5°C fue de 1.89 Pa con una viscosidad plástica de 0.075 Pa·s, comportamiento característico de un fluido plástico de Bingham. En el caso de la temperatura de 25°C el fluido se caracterizó como un material fluidificante donde el índice de consistencia fue de 0.76 Pa·sⁿ y un índice de comportamiento de 0.59.

Cuadro 3.6. *Parámetros reológicos de la crema A.*

TEMPERATURA	PARÁMETROS	PROMEDIO	DESVIACION ESTANDAR
	η_p (Pa.s)	0.075	0.05
5°C	σ_o (Pa)	1.89	5
	n (-)	0.59	0.02
25°C	K (Pa.s ⁿ)	0.76	1.73

Cuando se aplicó el mismo programa para la crema B, dicho fluido se pudo caracterizar por la Ley de la Potencia para ambas temperaturas, aunque con mayor dependencia con la velocidad de cizalla (Figura 3.22).

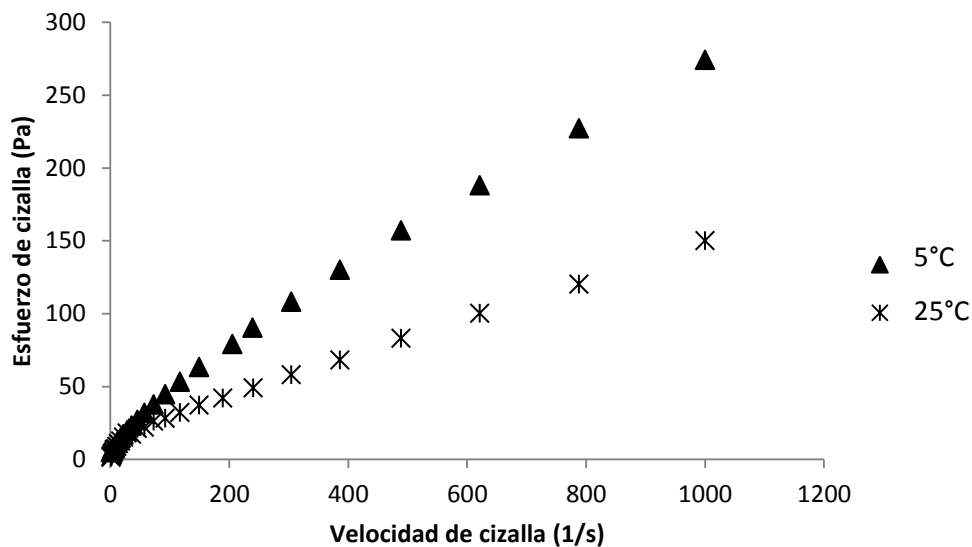


Figura 3.22. *Curva de flujo de crema B a 5 y 25°C.*

Al igual que la crema A la curva de ascenso y la de descenso de velocidad de cizalla se superponen, después de un cizallamiento prolongado.

A partir del estudio reológico se comprobó que al incrementar la temperatura de las cremas lácteas, el índice de consistencia disminuye y por lo tanto su viscosidad, sin embargo el índice de comportamiento aumenta conforme el incremento de la temperatura (Cuadro 3.7).

Cuadro 3.7. Parámetros reológicos de la crema B.

TEMPERATURA	PARÁMETROS	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR
	n (-)	0.59	0.05
5°C	K (Pa.sⁿ)	2.31	0.2
	n (-)	0.78	0.02
25°C	K (Pa.sⁿ)	1.37	1.73

Conclusiones

La crema B se caracterizó por tener una distribución multimodal con la presencia de flóculos o agregados de 13 y 112 μm y tamaños de glóbulos de 3 μm aproximadamente, con la excepción a la temperatura de 25°C en donde al aplicar el cizallamiento provocó la reducción del tamaño de los glóbulos de grasa, obteniendo entonces una distribución bimodal. Mientras que la crema A se caracterizó por distribuciones monomodales que al disminuir la temperatura, del mismo modo, se redujo el tamaño de partícula (16.3 a 25°C y 11 μm a 5°C), y en conjunto con la aplicación del cizallamiento estimuló la formación de agregados, al igual que a 60°C, se obtuvo una distribución bimodal, mientras que a 25°C sólo se redujo 3.3 μm el tamaño de partícula o flóculo.

En ambas cremas, la aplicación del ultrasonido logró evidenciar la presencia de flóculos, que se disgregaron tras su aplicación. En la crema B a la temperatura de 5 y 60°C se obtuvieron dos modas características de 3 y 13 μm aproximadamente, aunque a 25°C, solamente se detectaron partículas pequeñas de 3.6 μm , valor más pequeño obtenido de esta crema. Para la crema A se obtuvieron distribuciones monomodales, cuya moda de partículas más pequeñas fue de 9 μm a 25°C.

En cuanto al comportamiento reológico bajo cizalla oscilatoria, las cremas presentaron comportamiento viscoelástico en donde predominó la componente elástica sobre la viscosa a bajas deformaciones, cabe mencionar que el dominio del módulo elástico sobre el módulo viscoso, fue en mayor proporción para la crema A, confirmándose por la mayor separación entre ambos módulos detectada.

La modificación de la estructura interna del sistema por la variación de la temperatura, dio como consecuencia un material más fluido al momento de incrementar este parámetro, donde ambos módulos disminuyeron. En el caso contrario al disminuir la temperatura, el sistema se volvió más consistente y por lo tanto hubo incremento en los módulos registrados.

En la caracterización reológica bajo cizalla rotacional, en la prueba de ascenso-descenso de velocidad de cizalla a 1000 s^{-1} , ambas cremas comerciales presentaron un comportamiento no newtoniano de carácter fluidificante a la cizalla y dependiente del tiempo de cizallamiento, presentando un bucle de histéresis característico que disminuyó su área bajo la curva al aumentar la temperatura.

Las cremas lácteas presentaron una disminución del esfuerzo de cedencia con respecto a la temperatura, aunque la crema B mostró un mayor esfuerzo de cedencia a la temperatura de 5 y 25°C , correspondientes a 33 y 9.33 Pa (determinada en el barrido de esfuerzo).

La aplicación del precizallamiento para ambas cremas lácteas mostró la fuerte dependencia de la viscosidad con el tiempo de aplicación del cizallamiento, además de que la viscosidad disminuyó con el aumento de la temperatura. Es importante mencionar que la crema B presentó viscosidades mayores en el intervalo de tiempo estudiado (1200 s.).

En condiciones de equilibrio o independientes del tiempo de cizallamiento, el modelo de Bingham permitió caracterizar la naturaleza reológica de la crema A a 5°C , presentando un valor de esfuerzo de cedencia de 1.89 Pa, y a la temperatura de 25°C fue el modelo de la ley de la Potencia, mientras que la crema B a 5 y 25°C , se caracterizó por la ley de la Potencia.

La crema A presentó mayor consistencia bajo cizalla oscilatoria (bajas deformaciones), y menor consistencia bajo cizalla rotacional (altas deformaciones), caso contrario de la crema B.

Los resultados obtenidos comprueban la complejidad de la reología de las cremas lácteas. Dependiendo de la aplicación se puede recomendar realizar la determinación de las propiedades viscoelásticas para el control en el desarrollo de nuevos productos, mientras que los resultados de las pruebas de flujo pueden ser útiles en el control de la calidad o en el diseño de equipo de bombeo, en donde se requieren determinar por ejemplo esfuerzo de cedencia o la viscosidad en condiciones de velocidad de cizalla y tiempo de cizallamiento específicos.

Referencias

- Alais, C. (2003). *Ciencia de la Leche: Principios de Técnica Lechera*. 4a ed. Barcelona España: Reverté, S.A.
- Aranceta, B. J. (2004). *Leche, Lacteos y Salud*. 2a ed. Madrid, España: Médica Panamericana.
- Badui, S., (2006). *Química de los Alimentos*. 6a ed. Distrito Federal, México: Pearson Educación.
- Barnes, H.A. (2000). *A Handbook of Elementary Rheology*. Aberystwyth, Reino Unido: The University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics.
- Barnes, H. A (2001). An examination of the use of rotational viscometers for the quality control of non-newtonian liquid products in factories. *Applied Rheology* 2: 89-101.
- Beristain, F. (2001). *Guía rápida del Granulómetro Cilas 930 LD*. Documento interno Lapryfal. Universidad Nacional Autónoma de México. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Cuautitlán Izcalli, México.
- Bermúdez, D., Mawson, R., Barbosa, C. (2008). Microstructure of fat globules in whole milk after thermosonication treatment. *Food Engineering and Physical Properties*, 73: 325-332.
- Bylund, M.G., Gómez, L. A. (2003). *Manual de Industrias Lácteas*. Madrid, España: Mundi-Prensa.
- Camacho, M. M., Martínez-Navarrete, N., Chiralt, A. (2005). Rheological characterization of experimental dairy creams formulated with locust bean gum (LBG) and λ -carrageenan combinations. *International Dairy Journal*, 15: 243-248.
- Cubero, N., Monterrer, A. (2002). *Aditivos Alimentarios*. 6a ed. Madrid, España: Mundi Prensa.
- Donsí, G., Ferrari, G., Maresca, P. (2011). Rheological properties of high pressure milk cream. *Procedia Food Science*, 1: 862-868.

- Elling, J.L., Duncan, S.E., Keenan, T.W., Eigel, W.N., Boling, J. (2006). Composition and microscopy of reformulated creams from reduced-cholesterol butteroil. *Journal of Food Science*, 61: 48-53.
- Fennema, O. (1993). *Química de los Alimentos*. Madrid, España: Acribia, S.A.
- Fischer, P., Windhab, E. J. (2011). Rheology of food materials. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 16: 36-40.
- Hermida, J. R. (2000). *Fundamentos de Ingeniería de Procesos Agroalimentarios*. Madrid, España: Mundi-Prensa.
- Hinrichs, J., Kessler, H. G. (1997). Fat content of milk and cream and effects on fat globule stability. *Journal of Food Science*, 62: 992-995.
- Ibarz, A., Barbosa-Cánovas, G.V. (1999). *Operaciones Unitarias en la Ingeniería de Alimentos*. Lancaster Pennsylvania, USA: Technomic Publishing Co.
- Leal-Calderon, F., Thivilliers, F., Schmitt, V. (2007). Structured emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 12: 206-212.
- Lopez, C. (2011). Milk fat globules enveloped by their biological membrane: Unique colloidal assemblies with a specific composition and structure. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 16: 391-404.
- Luquet, F., Bonjean-Linczowki, Y., Keilling, J. (1991). *Leche y Productos Lácteos: Vaca, Oveja, Cabra*. Madrid, España: Acribia, S.A.
- Martínez-Padilla, L. P. (2012). *Guía rápida de uso del Reómetro MCR 301 y MC 1 Physica, Anton-Paar*. Documentos internos Lapryfal. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán. Universidad Nacional Autónoma de México. Cuautitlán Izcalli, México.
- Márquez, A. L., Palazolo, G. G. & Wagner, J. R. (2005)a. Emulsiones tipo crema preparadas a base de leche de soya 1: Estudio de estabilidad y determinación de las formulaciones. *Grasas y Aceites*, 56: 59-66.
- Márquez, A. L., Palazolo, G. G. & Wagner, J. R. (2005)b. Emulsiones tipo crema preparadas a base de leche de soya 2: Efecto de la agitación controlada sobre la reología de las cremas. *Grasas y Aceites*, 56: 89-95.

- Márquez, A. L., Palazolo, G. G. & Wagner, J. R. (2005)c. Emulsiones tipo crema preparadas a base de leche de soya 3: Efectos de ciclos de temperatura. *Grasas y Aceites*, 56:182-187.
- Mason, T. G. (1999). New fundamental concepts in emulsion rheology. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 4: 231-238.
- McClements, D. J. (2005). *Food Emulsions, Principles, Practice, and Techniques*. Boca Raton, USA: CRC Press
- Ménard, O., Ahmad, S., Rousseau, F., Briard-Bion, V., Gaucheron, F., Lopez, C. (2010). Buffalo vs. Cow milk fat globules: Size distribution, zeta-potencial, compositions in total fatty acids and in polar lipids from the milk fat globule membrane. *Food Chemistry*, 120: 544-551.
- Michalski, M. C., Ollivon, M., Briard, V., Leconte, N., Lopez, C. (2004). Native fat globules of different sizes selected from raw milk: thermal and structural behavior. *Chemestry and Physics of Lipids*, 132: 247-261.
- Morin, P., Jiménez, R., Pouliot, Y. (2007). Effect of processing on the composition and microstructure of buttermilk and its milk fat globule membranes. *International Dairy Journal*, 17: 1179-1187.
- NOM-243-SSA1-2010. Productos y servicios. Leche, fórmula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias. Métodos de prueba. Entidad Mexicana de Normalización.
- Panovillé, M., Saint-Eve, A., Loubens, C., Deléris, I., Souchon, I. (2011). Understanding of the influence of composition, structure and texture on salty perception in model dairy products. *Food Hydrocolloids*, 25: 716-723.
- Ramírez-Navas, J. S. (2006). *Introducción a la Reología de los Alimentos*. Cali, Colombia: Ediciones de Universidad del Valle: <http://books.google.com.mx/>
- Rao, M. A. (1999). *Rheology of Fluid and Semisolid Foods: Principles and Applications*. 2a ed. Washington, USA: Springer
- Revilla, A. (2000). *Tecnología de la Leche: Procesamiento, Manufactura y Análisis*. (3 ed.). Madrid, España: Hermanos Herren.

- Romero del Castillo, R., Mestres, J. (2004). *Productos Lácteos. Tecnología*. Universidad Politécnica de Cataluña: Cataluña, España: <http://books.google.com.mx/>
- Roudot, A.C. (2004). *Reología y Análisis de la Textura de los Alimentos*. Madrid, España: Acribia, S.A.
- Sánchez, M. C., Berjano, M., Guerrero, C., y Gallegos C. (2000). Evolución de las propiedades reológicas de emulsiones aceite vegetal en agua durante el proceso de emulsificación y almacenamiento. *Grasas y Aceites*, 51: 230-236.
- Schramm, L. (2005). *Emulsions, Foams and Suspensions. Fundamentals and Applications*. Berlín, Alemania: Wiley-VCH.
- Scott, L., Duncant, S.E., Summet, S.S., Watermant, K.M. (2003). Physical properties of cream reformulated with fractionated milk fat and milk derived components. *Journal of Dairy Science*, 86: 3395-3404.
- Steffe, J.F. (1996). *Rheological Methods in Food Process Engineering*. 2a. ed. East Lansing, Michigan State, USA: Freeman Press.
- Tabilo, G., Barbosa-Cánovas, G. (2005). Rheology for the food industry. *Journal of Food Engineering*, 67: 147-156.
- Valiente, B. A. (2002). *Problemas de Flujo de Fluidos*. Distrito Federal, México: Limusa S.A. de C.V.
- Varnam, A. y Sutherland, J. (1994). *Leche y Producto Lácteos. Tecnología, Química y Microbiología*. Madrid, España: Acribia S. A.
- Veisseyre, R. (1988). *Lactología Técnica*. (3ra. ed.) Madrid, España: Acribia S. A.
- Warner, J. (1999). *Principios de la Tecnología de Lácteos*. Distrito Federal, México: AGT Editor. S.A.
- Walstra, P. (2001). *Ciencia de la leche y tecnología de los productos lácteos*, Madrid, España: Acribia S. A.
- Wasltra, P. y Jenness, R. (1991). *Química y Física Lactológica*. Madrid, España: Acribia S. A.

Wright, A. J., Scanlon, M. G., Hartel, R. W., Marangoni, A. G. (2001). Rheological properties of milkfat and butter. *Journal of Food Science*, 66: 1056-1071.