



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO

---

---

Facultad de Estudios Superiores  
Cuautitlán

Efecto del temperado y la composición  
en las propiedades reológicas, texturales, físicas  
y de estabilidad en cremas vegetales

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER  
EL TÍTULO DE:  
INGENIERA EN ALIMENTOS  
PRESENTA  
KARINA ZARATE PÉREZ**

*Asesores: I.B.Q. Norma B. Casas Alencaster*

*I.A. Miriam Edith Fuentes Romero*



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES**

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLÁN  
ASUNTO: VOTO APROBATORIO

**M. en C. JORGE ALFREDO CUELLAR ORDAZ  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN  
PRESENTE**

**ATN: M. EN A. ISMAEL HERNÁNDEZ MAURICIO  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la FES Cuautitlán.**

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos a comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

**Efecto del temperado y la composición en las propiedades reológicas, texturales, físicas y de estabilidad en cremas vegetales**

Que presenta la pasante: Karina Zarate Pérez  
Con número de cuenta: 408069753 para obtener el Título de: Ingeniera en Alimentos

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el **EXAMEN PROFESIONAL** correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO**.

**ATENTAMENTE**  
**"POR MI RAZA HABLARA EL ESPÍRITU"**  
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 13 de Octubre de 2014.

**PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO**

	NOMBRE	FIRMA
<b>PRESIDENTE</b>	I.B.Q. Norma Beatriz Casas Alencaster	
<b>VOCAL</b>	I.A. Patricia Muñoz Aguilar	
<b>SECRETARIO</b>	Dra. María Guadalupe Sosa Herrera	
<b>1er. SUPLENTE</b>	Dra. Virginia Agustina Delgado Reyes	
<b>2do. SUPLENTE</b>	I.A. Virginia López García	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

HMI/iac

## **DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS**

A mis padres María Florencia y José Guadalupe, su amor y su apoyo son el regalo más grande que Dios me ha dado.

A Odeht, más que una hermana es una amiga, por su tenacidad que me ha inspirado a mejorar y a ser emprendedora.

A mi hermano Hugo, por sus sabios consejos.

A mi asesora Norma Casas, que me ha guiado con paciencia, inteligencia y amabilidad.

A todas las profesoras del Taller de Reología y textura, que contribuyen con dedicación a la elaboración de todos los proyectos.

Y por último para mis adorados hijos Silvestre, Mila y Ruli.

A la DGAPA-UNAM, Programa de apoyo a proyectos para la innovación y mejoramiento de la enseñanza, PAPIME PE101313 “Fortalecimiento de la enseñanza en la determinación de estabilidad de sistemas dispersos en el Taller Multidisciplinario de Reología y Textura en alimentos, por el apoyo financiero para desarrollo de este proyecto.

## ÍNDICE TEMÁTICO

	Pág.
Índice de Figuras.....	iv
Índice de Cuadros.....	viii
Resumen.....	xi
Introducción.....	xiii
1 Antecedentes.....	1
1.1 Emulsiones.....	1
1.1.1 Formación de emulsiones.....	2
1.1.2 Estabilidad de emulsiones.....	3
1.1.3 Agentes emulsificantes y/o estabilizantes.....	5
1.1.4 Mecanismos de adsorción en la interfase.....	13
1.1.5 Interacciones proteína-polisacárido.....	14
1.1.6 Tipos de inestabilidad en emulsiones.....	18
1.1.7 Coalescencia parcial.....	24
1.2 Cremas.....	31
1.2.1 Tipos de cremas.....	31
1.2.2 Factores que producen cambios en la consistencia de la crema.....	34
1.3 Temperado.....	35
1.4 Factores que influyen en la susceptibilidad al temperado.....	37
1.4.1 Competencia entre proteínas y emulsificantes de bajo peso molecular.....	37
1.4.2 Concentración de grasa y proteína.....	43
1.4.3 Otros emulsionantes y estabilizantes.....	44
1.5 Métodos para medir el efecto de la temperatura en las cremas.....	46
1.5.1 Pruebas reológicas.....	46
1.5.2 Pruebas texturales.....	50
1.5.3 Pruebas físicas.....	51
1.5.4 Pruebas de estabilidad.....	53
2 Metodología de la investigación.....	56

2.1	Objetivos .....	56
2.2	Materiales.....	57
2.3	Preparación de cremas.....	58
2.3.1	Diagrama de proceso.....	58
2.3.2	Descripción del proceso .....	58
2.3.3	Formulaciones.....	59
2.3.4	Temperado.....	60
2.3.5	Descripción del temperado.....	60
2.4	Métodos.....	60
2.4.1	Barrido de frecuencia y esfuerzo en cizalla oscilatoria.....	60
2.4.2	Adhesividad por penetración y retirada .....	62
2.4.3	Distribución de tamaño de partícula.....	62
2.4.4	Estabilidad por dispersión óptica de la luz.....	64
2.4.5	Análisis estadístico.....	66
3	Resultados .....	67
3.1	Barrido de frecuencia en cizalla oscilatoria .....	67
3.1.1	Efecto de la concentración de leche descremada .....	67
3.1.2	Efecto de la concentración de almidón lipofílico.....	69
3.1.3	Efecto de la concentración de grasa vegetal.....	71
3.1.4	Efecto del tipo de grasa vegetal.....	74
3.2	Adhesividad por penetración y retirada .....	76
3.2.1	Efecto de la concentración de leche descremada .....	76
3.2.2	Efecto de la concentración de almidón lipofílico.....	78
3.2.3	Efecto de la concentración de grasa vegetal.....	81
3.2.4	Efecto del tipo de grasa vegetal.....	83
3.3	Distribución de tamaño de partícula .....	85
3.3.1	Efecto de la concentración de leche descremada .....	85
3.3.2	Efecto de la concentración de almidón lipofílico.....	87
3.3.3	Efecto de la concentración de grasa vegetal.....	89
3.3.4	Efecto del tipo de grasa vegetal.....	91
3.4	Estabilidad por dispersión óptica de la luz.....	93
3.4.1	Efecto de la concentración de leche descremada .....	93
3.4.2	Efecto de la concentración de almidón lipofílico.....	95

3.4.3	Efecto de la concentración de grasa vegetal.....	97
3.4.4	Efecto del tipo de grasa vegetal.....	99
	Conclusiones .....	102
	Referencias.....	105

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Ejemplificación de emulsiones clásicas, a) aceite en agua y b) agua en aceite. ....	1
Figura 2. Emulsión múltiple A1/A/A2. ....	1
Figura 3. Efecto Gibbs-Marangoni. ....	3
Figura 4. Doble capa eléctrica, a) una partícula, b) repulsión entre partículas cargadas.....	4
Figura 5. Polímeros adsorbidos. ....	4
Figura 6. Rizos, trenes y colas. ....	4
Figura 7. Cargas opuestas y polímeros adsorbidos.....	5
Figura 8. Emulsificante de bajo peso molecular situado en la interfase.....	6
Figura 9. Tensión superficial en función de la concentración de jabones sódicos de ácidos grasos normales, de diversa longitud de cadena. ....	8
Figura 10. Mecanismo de adsorción de diversos emulsificantes en la interfase aceite-agua o aire .....	11
Figura 11. Almidón lipofílico rodeando una gota de aceite .....	12
Figura 12. Monocapa compuesta por proteínas y surfactantes de bajo peso molecular .....	14
Figura 13. Cuatro posibles sistemas obtenidos por mezclar soluciones de una proteína y un polisacárido .....	15
Figura 14. Glóbulos de una emulsión incorporándose a los glóbulos más grandes .....	19
Figura 15. Cambio de una emulsión estable a una emulsión con cremado .....	20
Figura 16. Cambio de una emulsión estable a una emulsión con flóculos.....	21
Figura 17. Cambio de una emulsión estable a una emulsión coalescida. ....	23
Figura 18. Cambio de una emulsión estable aceite en agua a una emulsión agua en aceite.....	24
Figura 19. Salida e incorporación de un cristal de grasa a la interfase .....	25
Figura 20. Representación esquemática del mecanismo de la coalescencia parcial.....	25
Figura 21. Tipos de coalescencia parcial. Las líneas continuas representan la distribución del tamaño de partícula antes de la coalescencia parcial y las líneas discontinuas representan la distribución del tamaño de partícula después de la coalescencia parcial. ....	27



Figura 22. Ángulo de contacto de una partícula sólida esférica en la interfase aceite-agua.	30
Figura 23. Posibles orientaciones de los cristales en la interfase aceite-agua .....	31
Figura 24. Tipos de glóbulos semicristalinos observados en el microscopio polarizado .....	31
Figura 25. Representación del temperado en emulsiones aceite en agua. ....	36
Figura 26. Perfil de ácidos grasos de diversas fuentes de grasa. ....	44
Figura 27. Barrido de esfuerzo mostrando la región viscoelástica lineal .....	48
Figura 28. Penetración y retirada del dispositivo .....	50
Figura 29. Representación de la curva fuerza (N) en función del tiempo de la prueba por penetración y retirada .....	51
Figura 30. Teoría de Fraunhofer .....	52
Figura 31. Implementación de una lente convergente .....	52
Figura 32. Lecturas de transmisión y retrodispersión.....	54
Figura 33. Luz transmitida y retrodispersada en función de la altura de la celda, reporte de datos en bruto.....	54
Figura 34. Retrodispersión (a) y transmisión (b), en función de la altura de la celda (en modo de referencia). ....	55
Figura 35. Preparación de cremas vegetales.....	58
Figura 36. Temperado de cremas vegetales.....	60
Figura 37. Reómetro (a) y geometría utilizada (b). ....	61
Figura 38. Texturómetro.....	62
Figura 39. Granulómetro.....	63
Figura 40. Efecto del SDS en glóbulos de grasa, a) 25 °C y b) 60 °C .....	63
Figura 41. Distribución del tamaño de partícula para emulsiones con 20 % de grasa vegetal y 12 % de almidón lipofílico.....	63
Figura 42. Turbiscan MA 2000 (a) y celda para medición (b). ....	64
Figura 43. Transmisión con referencia cero. ....	65
Figura 44. Espesor en función del tiempo. ....	66
Figura 45. Efecto de la concentración de la leche descremada en $G'$ (símbolos llenos) y $G''$ (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales sin temperar (símbolos grises) y temperadas (símbolos negros).....	68

Figura 46. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en $G'$ (símbolos llenos) y $G''$ (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales sin temperar (símbolos grises) y temperadas (símbolos negros).....	70
Figura 47. Efecto de la concentración de grasa vegetal en $G'$ (símbolos llenos) y $G''$ (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales temperadas (símbolos negros) y sin temperar (símbolos grises). ....	73
Figura 48. Efecto del tipo de grasa en $G'$ (símbolos llenos) y $G''$ (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales temperadas (símbolos negros) y sin temperar (símbolos grises). ....	75
Figura 49. Efecto de la concentración de la leche descremada de parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado. ....	77
Figura 50. Efecto de la concentración de la leche descremada de parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado. ....	78
Figura 51. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado. ....	80
Figura 52. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en los parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado. ....	80
Figura 53. Efecto de la concentración de grasa vegetal en parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado.....	82
Figura 54. Efecto de la concentración de grasa vegetal en los parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado.....	82
Figura 55. Efecto del tipo de grasa en parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado.....	84
Figura 56. Efecto del tipo de grasa en los parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado. ....	84
Figura 57. Efecto del temperado en una emulsión sin leche descremada, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). ....	86
Figura 58. Efecto del temperado en una emulsión con 5% de leche descremada, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). ....	86

Figura 59. Efecto del temperado en una emulsión con 7.5% de leche descremada, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	87
Figura 60. Efecto del temperado en una emulsión con 8% de almidón lipofílico, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	88
Figura 61. Efecto del temperado en una emulsión con 10% de almidón lipofílico, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	88
Figura 62. Efecto del temperado en una emulsión con 12% de almidón lipofílico, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	89
Figura 63. Efecto del temperado en una emulsión con 15% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	90
Figura 64. Efecto del temperado en una emulsión con 20% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	90
Figura 65. Efecto del temperado en una emulsión con 25% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	91
Figura 66. Efecto del temperado en una emulsión con 20% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	92
Figura 67. Efecto del temperado en una emulsión con 20% de aceite vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos). .....	92
Figura 68. Retrodispersión con referencia cero (formulación que no posee leche descremada sin temperar). .....	94
Figura 69. Efecto de la concentración de la leche descremada en la cinética de desestabilización de cremas vegetales sin temperar (símbolos vacíos) y temperadas (símbolos rellenos). .....	94
Figura 70. Transmisión con referencia cero (formulación con 10% de almidón lipofílico sin temperar). .....	96

Figura 71. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en la cinética de desestabilización de cremas vegetales sin temperar (símbolos vacíos) y temperadas (símbolos rellenos).....	96
Figura 72. Transmisión con referencia cero (formulación con 25% de grasa vegetal temperada). .....	98
Figura 73. Efecto de la concentración de grasa vegetal en la cinética de desestabilización de cremas vegetales sin temperar (símbolos vacíos) y sin temperar (símbolos rellenos). .....	98
Figura 74. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 % AV sin temperar). .....	100
Figura 75. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 %GV sin temperar). .....	100
Figura 76. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 %AV temperada). .....	101
Figura 77. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 % GV temperada).....	101

## ÍNDICE DE CUADROS

	Pág.
Cuadro 1. Surfactantes de bajo peso molecular; valores HLB (balance hidrófilo-lipófilo). ..	7
Cuadro 2. Especificaciones de materiales.....	57
Cuadro 3. Composición porcentual de formulaciones de cremas vegetales.....	59
Cuadro 4. Efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	69
Cuadro 5. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	69
Cuadro 6. Efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	71

Cuadro 7. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	71
Cuadro 8. Efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	73
Cuadro 9. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	74
Cuadro 10. Efecto de la concentración del tipo de grasa y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	75
Cuadro 11. Resultados del análisis estadístico para el efecto del tipo de grasa y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de $G'$ y $G''$ en función de la frecuencia. ....	75
Cuadro 12. Efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales. ....	76
Cuadro 13. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los parámetros texturales. ....	77
Cuadro 14. Efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales. ....	79
Cuadro 15. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los parámetros texturales. ....	79
Cuadro 16. Efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales. ....	81
Cuadro 17. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los parámetros texturales. ....	81
Cuadro 18. Efecto del tipo de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales. ....	83
Cuadro 19. Resultados del análisis estadístico para el efecto del tipo de grasa y el temperado en los parámetros texturales. ....	83

Cuadro 20. Efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los valores promedio de las constantes de estabilidad. ....	95
Cuadro 21. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en las constantes de estabilidad. ....	95
Cuadro 22. Efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los valores promedio de las constantes de estabilidad. ....	97
Cuadro 23. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en las constantes de estabilidad. ....	97
Cuadro 24. Efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de las constantes de estabilidad. ....	99
Cuadro 25. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en las constantes de estabilidad. ....	99

## RESUMEN

En el presente trabajo se estudió el efecto del temperado y la composición de crema vegetal variando la concentración de leche descremada (0.0, 5.0 y 7.5 %), almidón lipofílico (8, 10 y 12 %), grasa vegetal de palma (15, 20 y 25 %) y tipo de grasa (grasa de palma y aceite vegetal de cártamo) sobre las propiedades reológicas, texturales, físicas y de estabilidad. El temperado consistió en un ciclo de enfriamiento a 5 °C (24 horas) seguido de un calentamiento a 25 °C (30 minutos) y posteriormente de un reenfriamiento a 5 °C (24 horas).

Para la determinación de las propiedades reológicas se recurrió a pruebas dinámicas de cizalla oscilatoria (donde se midió la respuesta de los módulos dinámicos a la frecuencia), las propiedades texturales se determinaron a través de pruebas de adhesividad por penetración y retirada (los parámetros texturales obtenidos fueron la consistencia, el trabajo de penetración, el estiramiento, la fuerza adhesiva y la adhesividad), las propiedades físicas consistieron en un análisis de la distribución del tamaño de partícula y las propiedades de estabilidad se determinaron a partir de pruebas de dispersión óptica de luz (donde se obtuvieron constantes relacionadas con el clarificado de las emulsiones).

En la mayoría de las emulsiones se observó un incremento de la consistencia por efecto del temperado sin embargo, el impacto de éste fue diferente dependiendo de la concentración de cada ingrediente. El incremento de la consistencia se manifestó en un aumento de los módulos dinámicos ( $G'$  y  $G''$ ) y de las propiedades texturales, el temperado produjo también un cambio en la distribución del tamaño de partícula y una disminución de la estabilidad frente a la separación gravitacional, y fue atribuido a la formación de redes de gotas interconectadas inducida por la fusión parcial de la grasa.

Después del temperado la adición de leche descremada resultó en una disminución de la estabilidad, al aumentar el espesor (o altura) de clarificado, denotando que existía algún tipo de relación asociativa o segregativa entre las proteínas y polisacáridos presentes, que eventualmente resultaba en un recubrimiento poco eficaz de la interfase, lo cual hacía a las emulsiones más susceptibles al temperado, favoreciendo el incremento de la consistencia.

Con la concentración intermedia de almidón lipofílico, se obtuvo el máximo incremento de consistencia (mayores valores de los módulos dinámicos) por efecto del

temperado así mismo, las emulsiones después del temperado, fueron inestables con la concentración intermedia, indicando que se favorece la coalescencia parcial debido a un recubrimiento poco eficaz de las gotas de aceite.

El incremento de grasa vegetal favoreció el efecto del temperado incrementando la consistencia sin embargo, las emulsiones temperadas con 25 % de grasa vegetal aumentaron en gran medida el espesor (o altura) de clarificado.

La sustitución de grasa vegetal por aceite vegetal resultó en la incapacidad de establecer redes de gotas interconectadas, ya que el aceite no poseía grasa sólida.



## INTRODUCCIÓN

Las cremas son emulsiones tipo aceite en agua cuya fase lipídica está distribuida en pequeñas gotas rodeadas por una película, a través de la cual limitan con la fase acuosa (Márquez y col., 2005a), son ampliamente utilizadas para consumo directo o como complemento de diversos platillos, sus características físicas y texturales las colocan en el gusto del consumidor, además de ser la emulsión base para productos derivados como helados y cremas batidas.

Por su carácter perecedero las cremas se almacenan a bajas temperaturas, lo que ocasiona que parte de la grasa se encuentre en forma de cristales (Fennema, 1982); durante el transporte y el almacenamiento, una elevación temporal de la temperatura induce un aumento de la consistencia de la crema cuando se vuelve a enfriar (Mutoh y col., 2001). Diferentes estudios han reportado que esto sucede siempre y cuando la crema se exponga a una temperatura a la cual aún se conserve cierto contenido de grasa sólida, pues si se funde completamente, la crema no solidifica con el reenfriamiento (Boode y col., 1991). El mecanismo por el cual se produce el aumento de la consistencia es la coalescencia parcial, que se induce cuando los cristales de grasa de una gota sobresalen y penetran la interfase de otra, uniéndose por interacciones hidrofóbicas y formando agregados (Márquez y col., 2005c), este fenómeno puede ser controlado y utilizado en beneficio de la calidad del producto para lograr diferentes grados de consistencia, a través de la aplicación de ciclos de incremento y disminución de la temperatura (temperado). La coalescencia parcial es influenciada por la concentración y tipo de grasa así como por el tipo de emulsificante (McClements, 1999).

Diferentes investigadores han estudiado el temperado en cremas batidas evaluando el efecto de la concentración y tipo de grasa (grasa butírica, aceites de coco o palma, aceites vegetales parcial o totalmente hidrogenados y sus mezclas), el tipo de emulsificante (proteína de leche, emulsificantes de bajo peso molecular y gomas), y otros factores (pH, agitación controlada), (Gravier y col., 2006; Mutoh y col., 2001 & Mutoh y col., 2007), sin embargo el creciente interés por el uso de nuevos emulsionantes y estabilizantes en la industria de alimentos deja incógnitas sobre la respuesta frente a fenómenos específicos como la coalescencia parcial, así como potenciales interacciones con otros biopolímeros. Tal es el caso de los almidones de naturaleza lipofílica, cuyas aplicaciones no han sido

investigadas por completo. Diversos estudios han demostrado que los almidones modificados con grupos octenil succinato (OSA, por sus siglas en inglés) son sustancias tensoactivas, que pueden modificar la viscosidad de la fase acuosa y ser espesantes asociativos, debido a las interacciones con otros polímeros y surfactantes en solución acuosa. Las principales ventajas de estos almidones es que son casi incoloros e insípidos en solución, son solubles en agua fría y representan una disminución en los costos al actuar como emulsificantes y estabilizantes simultáneamente (Tesch y col., 2002; Krstonosic y col., 2011 & Dokić y col., 2012). En este trabajo se estudió un sistema tipo crema vegetal que contiene proteínas de leche y almidón lipofílico (OSA) como emulsificantes, evaluando el efecto de la concentración de cada ingrediente en respuesta al temperado a través de las propiedades físicas, reológicas, texturales y de estabilidad.

# 1 Antecedentes

## 1.1 Emulsiones

Una emulsión es una dispersión de por lo menos dos fases líquidas inmiscibles (usualmente agua y aceite), resultando en una fase continua y una fase dispersa. Los diámetros de las gotas de la fase dispersa están en el intervalo de 0.1 a 100  $\mu\text{m}$  (McClements, 1999).

Las emulsiones pueden clasificarse de acuerdo a la distribución de las fases acuosa y oleosa; si la fase dispersa es la acuosa el sistema es conocido como emulsión agua en aceite (W/O), si el sistema consiste en la dispersión de gotas de aceite en una fase acuosa se conoce como emulsión aceite en agua (O/W), como se describe en la Figura 1.

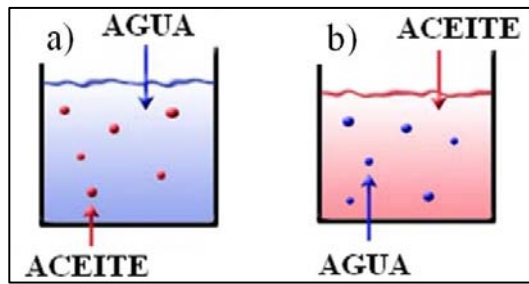


Figura 1. Ejemplificación de emulsiones clásicas, a) aceite en agua y b) agua en aceite (McClements, 1999).

Además de las emulsiones sencillas anteriormente descritas existe otro tipo de emulsiones conocidas como emulsiones múltiples (Figura 2). Éstas se caracterizan porque las gotas de la fase dispersa aceite (A), contienen a su vez gotas que son inmiscibles con la gota que las contiene (A1) y que son miscibles con la fase continua (A2).

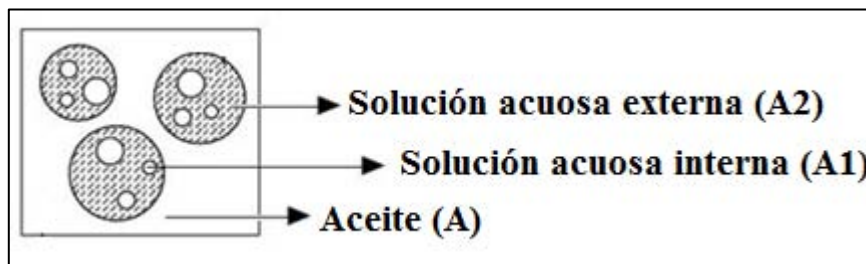


Figura 2. Emulsión múltiple A1/A/A2 (McClements, 1999).

Una emulsión está constituida por tres regiones, las cuales presentan propiedades fisicoquímicas diferentes: la fase dispersa, la fase continua y la interfase. Todas las moléculas o ingredientes de la emulsión se distribuyen según su concentración y polaridad a lo largo de las regiones mencionadas anteriormente. Las moléculas polares tienden a localizarse en la fase acuosa, las moléculas no polares tienen afinidad por la fase oleosa, y las moléculas anfifílicas se localizan en la interfase (Leal-Calderon y col., 2007).

### **1.1.1 Formación de emulsiones**

Para formar una emulsión se necesita aceite, agua, emulgente (es decir un surfactante) y energía (generalmente energía mecánica). Fabricar gotas es fácil; romperlas en otras más pequeñas es difícil. Las gotas resisten la deformación y la rotura, porque a ello se opone la presión de Laplace (diferencia de la presión límite entre fases del lado cóncavo y el lado convexo), que es tanto mayor cuanto más pequeño sea el diámetro de la gota. Se necesita por ello, un considerable consumo de energía. La energía necesaria se puede reducir si se reduce la tensión interfacial  $\gamma$ , (la tensión interfacial actúa en la dirección de la interfase y se opone al crecimiento de ésta), y por tanto la presión de Laplace, añadiendo un emulsificante, aunque éste no sea el papel principal del emulsificante. La energía necesaria para formar y romper las gotas se suministra generalmente mediante agitación intensa (suministrada generalmente por homogeneizadores de alta presión). Además de la ruptura de las gotas, el emulsificante tiene que ser transportado a las nuevas interfaces creadas. Durante el proceso de emulsificación, aparece un mecanismo de autoestabilización (el efecto Gibbs-Marangoni), ejemplificado en la Figura 3. Cuando las gotas se aproximan y no están suficientemente recubiertas por el emulsificante, durante su mutua aproximación se recubrirán de más emulsificante, la concentración de emulsificante será menor donde la película entre las gotas sea más fina (Figura 3a). Esto producirá un gradiente de tensión interfacial, la tensión interfacial mayor se alcanzará donde la película sea más delgada. El gradiente creado hará que el emulsificante, y por tanto las superficies de la gota se desplacen hacia zonas en las que la tensión superficial tenga un valor más alto (Figura 3b), arrastrando líquido con él. La corriente de líquido así creada alejará las gotas (Figura 3c) (Fennema, 1982).

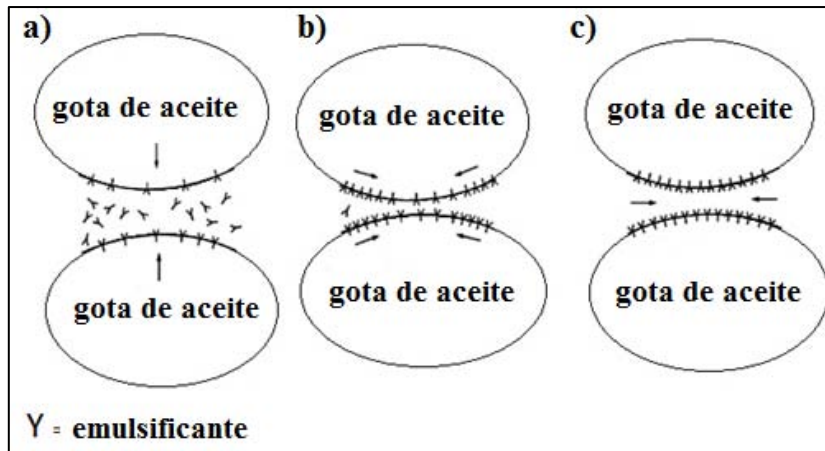


Figura 3. Efecto Gibbs-Marangoni (Fennema, 1982).

Las moléculas del emulsificante en una emulsión tienden a moverse de una región a otra, alterando de esta forma las condiciones físicas y químicas de la misma. Este movimiento, así como la concentración e interacciones de sus constituyentes tienen una influencia significativa en las propiedades fisicoquímicas, texturales y aplicación de estos sistemas dispersos (McClements, 1999).

### 1.1.2 Estabilidad de emulsiones

Una emulsión estable es aquella que no muestra un cambio discernible en la distribución de tamaño de gotas, estado de agregación, o su arreglo espacial en el recipiente, en una escala de tiempo de observación. Las emulsiones aceite-agua son coloides en donde el mecanismo principal de estabilidad puede ocurrir en el seno de la fase acuosa o en la superficie de las gotas, dependiendo de la naturaleza química de los ingredientes particulares involucrados, de esta forma los principales mecanismos de estabilización son:

#### ⊕ Electrostática

Una partícula con una superficie cargada uniformemente puede causar una distribución desigual de los iones de la solución, formando una doble capa eléctrica sobre su superficie. Los iones con carga opuesta a la de la partícula (contraiones) se acumulan cerca de su superficie, en una concentración que decrece con la distancia. Esta distribución de contraiones se denomina atmósfera iónica (Figura 4a). Si consideramos dos partículas aproximándose una a la otra, sus atmosferas de contraiones interfieren y originan la

aparición de una fuerza repulsiva entre partículas. Esta fuerza repulsiva decrece exponencialmente al aumentar la distancia de separación (Figura 4b) (Aubero & Monterrer, 2002).

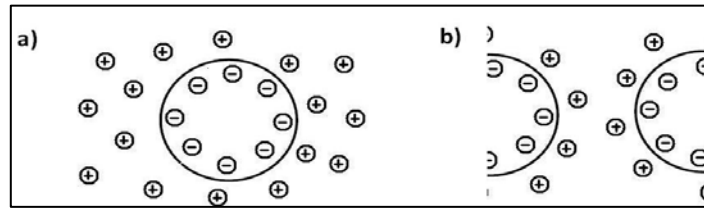


Figura 4. Doble capa eléctrica, a) una partícula, b) repulsión entre partículas cargadas (Aubero & Monterrer, 2002).

#### ⊕ Estérica

Segregación debida a presencia en la superficie de los glóbulos, de cantidades suficientes de biopolímeros, en forma de tiras desordenadas (Figura 5), los cuales impiden interacciones entre capas a través de efectos osmóticos (Wong, 1995).

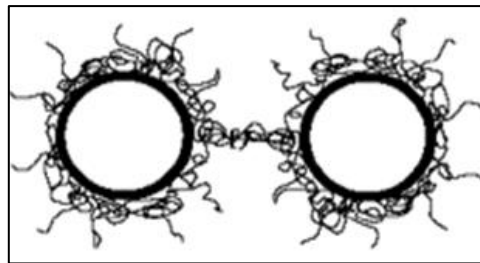


Figura 5. Polímeros adsorbidos (Wong, 1995).

Estos polímeros son adsorbidos de forma desigual debido a su forma desplegada (Figura 6) y solo segmentos de la molécula son adsorbidos, los que se denominan “trenes”, mientras que el resto de la molécula es proyectada dentro de la fase continua a lo que se le llama “rizos”. Los segmentos terminales libres del polímero adsorbido son conocidos con el nombre de “colas” (McClements, 1999).

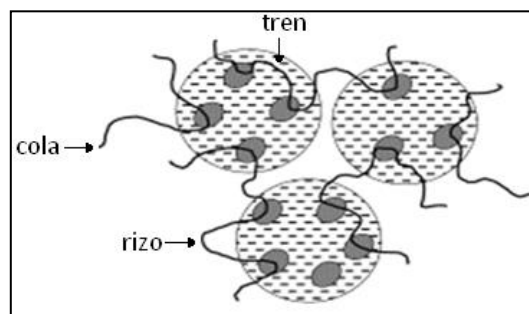


Figura 6. Rizos, trenes y colas (McClements, 1999).

### ⊕ Electroestérica

Mecanismo físico de segregación, producto de la combinación de efectos estéricos y electrostáticos (Figura 7) que proveen de una repulsión efectiva a las superficies de los glóbulos (Wong, 1995).

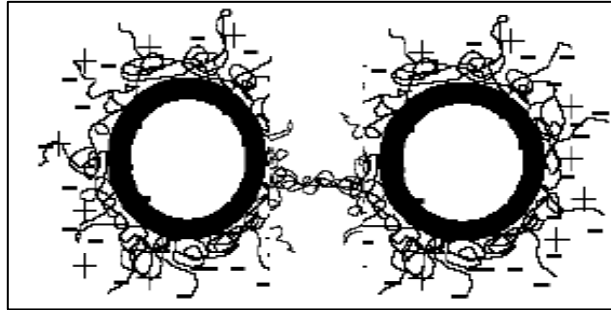


Figura 7. Cargas opuestas y polímeros adsorbidos (Wong, 1995).

### 1.1.3 Agentes emulsificantes y/o estabilizantes

Las emulsiones son sistemas termodinámicamente inestables debido a que el contacto entre las moléculas de agua y aceite no es favorable energéticamente y el área interfacial es elevada, sin embargo, es posible formar emulsiones que son cinéticamente estables (metaestables) por un periodo razonable de tiempo (algunos días, semanas, meses, o años) a través de la incorporación de sustancias conocidas como agentes emulsificantes y/o estabilizantes (McClements, 1999).

Un agente estabilizante es un compuesto químico (o mezcla) que confiere estabilidad a la emulsión a largo plazo, posiblemente por un mecanismo de adsorción, pero no necesariamente. Los estabilizantes son generalmente proteínas, gomas y polisacáridos. El mecanismo por el que estabilizan los polisacáridos es vía modificación de las propiedades reológicas del fase continua (viscosidad o gelación), restringiendo la movilidad de las gotas de la fase dispersa (Dickinson, 1993); mientras que en el caso de las proteínas, la estabilización se debe a que tienen una fuerte tendencia a adsorberse en las interfaces aceite-agua y forman capas estabilizadoras alrededor de las gotas de aceite, de tal manera que actúan como emulsificantes y estabilizantes (Rodríguez & Pilosof, 2011).

Los emulsificantes son moléculas superficialmente activas que se adsorben en la superficie de las gotas, formando una membrana protectora que retarda la aproximación de las gotas y su agregación, fomenta la formación de la emulsión y estabilización a corto plazo por acción interfacial. Existen dos grandes grupos de emulsificantes:

⊕ Surfactantes de bajo peso molecular.

Los surfactantes pertenecen a dos tipos, polímeros y sustancias similares al jabón es decir, moléculas pequeñas, anfifílicas cuya parte hidrófoba (lipófila) está constituida típicamente por una cadena alifática. La mitad hidrófila puede ser de naturaleza muy diversa; en el surfactante clásico, el jabón común, se trata de un grupo carboxílico ionizado. La mayoría de las sustancias anfifílicas son poco solubles en agua y en aceite y menos repelidas por estos disolventes cuando parte de ellos se halla en un ambiente hidrófilo (agua o una sustancia hidrófila), y parte en un ambiente hidrófobo (aceite, aire o una sustancia hidrófoba); es decir, cuando se sitúan en una interfase formando una película protectora (Figura 8). En disolución, tienden a formar micelas para disminuir la actividad repulsiva con el disolvente (Fennema, 1982).

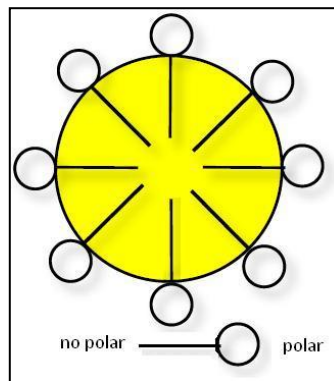


Figura 8. Emulsificante de bajo peso molecular situado en la interfase (Fennema, 1982).

En el Cuadro 1 se citan algunos surfactantes constituidos por moléculas pequeñas. Se clasifican en no iónicos, aniónicos y catiónicos, de acuerdo con la naturaleza de su porción hidrófila. También se distingue entre surfactantes naturales (jabones, monoacilglicerolos y fosfolípidos) y sintéticos. Los Tweens difieren de los demás en cuanto que la mitad hidrófila contiene tres o cuatro cadenas de polioxietileno, formadas por unos cinco monómeros aproximadamente. Los fosfolípidos difieren notablemente en su composición y propiedades. Una característica importante de los surfactantes de bajo peso molecular es su valor HLB, es decir, su balance hidrófilo-lipófilo. Se define de tal forma que un valor de 7 significa que la sustancia tiene aproximadamente igual solubilidad en agua que en aceite. Los surfactantes tienen valores HLB que oscilan entre 1 y 40. La relación entre el valor de HLB y la solubilidad resulta útil por sí misma, y está además, relacionada con la adecuación del surfactante para el desempeño de una función emulgente:



los surfactantes con valores HLB>7 suelen ser apropiados para emulsiones aceite en agua y los que tienen valores de HLB<7 para emulsiones agua en aceite.

Cuadro 1. Surfactantes de bajo peso molecular; valores HLB (balance hidrófilo-lipófilo).

Tipo	Ejemplo de surfactante	Valor HLB
No iónicos		
Alcohol alifático	Hexadecanol	1
Monoacilglicerol	Monoesterearato de glicerol	3.8
Esteres de monoacilgliceroles	Monopalmitato de lactoilo	8
Spans	Monoestearato de sorbitol	4.7
	Monooleato de sorbitol	7
	Monolaurato des sorbitol	8.6
Tween 80	Monooleato de polioxietilen sorbitol	16
Aniónicos		
Jabones	Oleato Na	18
Ésteres del ácido láctico	Estearoil-2-lactoil lactato Na	21
Fosfolípidos	Lecitina	Considerablemente elevado
Teepol <sup>a</sup>	Lauril sulfato de Na	40
Cationicos <sup>a</sup>		elevado

<sup>a</sup> No utilizados en alimentos, son detergentes (Fennema, 1982).

En general las cadenas alifáticas largas rinden valores de HLB bajos y los grupos más polares (especialmente los ionizados), o de gran tamaño, dan valores HLB más altos. Para la mayor parte de los surfactantes, el número HLB disminuye al aumentar la temperatura. Esto supone que algunos surfactantes muestran una temperatura HLB o temperatura de inversión de fase (PIT, por sus siglas en inglés) a la que alcanza el valor de 7. Por encima del PIT el surfactante tiende a formar una emulsión de agua en aceite y por debajo de él una emulsión de aceite en agua. En las proximidades del PIT la tensión interfacial es generalmente muy baja (Fennema, 1982).

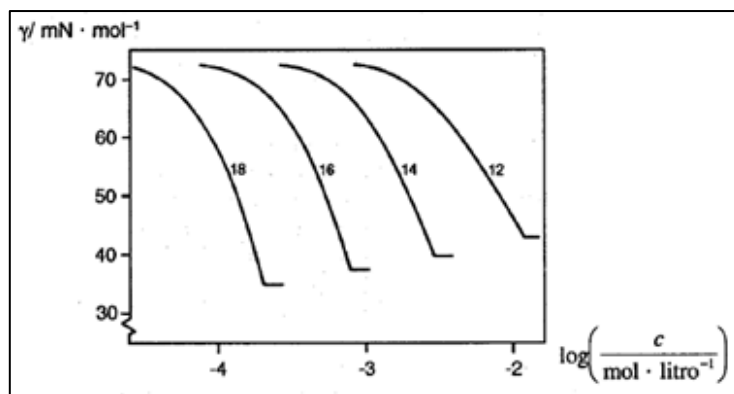


Figura 9. Tensión superficial en función de la concentración de jabones sódicos de ácidos grasos normales, de diversa longitud de cadena (Fennema, 1982).

En la Figura 9 se muestra el efecto de la concentración del surfactante sobre la tensión superficial. A la concentración micelar crítica (CMC) las gráficas cambian de dirección. A concentraciones por encima de la concentración micelar crítica las moléculas del surfactante forman micelas y su actividad apenas aumenta al aumentar la concentración; por tanto se hace esencialmente independiente de la concentración. A concentraciones ligeramente por debajo de la CMC, la carga superficial alcanza el valor meseta. En una serie homóloga de surfactantes, cuanto más larga sea la longitud de la cadena, menor es la CMC y la concentración necesaria para obtener un determinado descenso de la tensión superficial. Esto significa que las moléculas surfactantes más grandes tienen mayor actividad de superficie. Del mismo modo, las moléculas de surfactante más pequeñas dan una gráfica con una pendiente menor en las proximidades de la CMC. Esto supone, que el valor de la meseta de carga de superficie es menor que el que alcanza con los surfactantes de mayor tamaño. En los surfactantes iónicos, la CMC disminuye y la actividad superficial aumenta al aumentar la fuerza iónica, Ambas propiedades pueden ser dependientes del pH (Fennema, 1982).

#### ⊕ Proteínas.

Son cadenas lineales de aminoácidos que toman una forma tridimensional dependiente de la secuencia primaria de aminoácidos en la cadena. Las proteínas son moléculas anfífilas y migran espontáneamente a la interfase grasa-agua. Esa migración espontánea desde la fase líquida a la interfase indica que la energía libre de las proteínas es menor en la interfase que en la fase acuosa. Por tanto, cuando se establece el equilibrio, la concentración de proteína en la región interfacial es siempre superior a la que tiene en la

fase acuosa. A diferencia de los agentes tensoactivos de bajo peso molecular, las proteínas forman una película muy viscoelástica en la interfase; esta película resiste los choques mecánicos durante el almacenamiento y la manipulación. Por ello, las emulsiones formadas o estabilizadas por las proteínas son más estables que las formadas con agentes tensoactivos de bajo peso molecular (Fennema, 1982).

Aunque todas sean anfifílicas, las proteínas difieren mucho en sus propiedades de superficie. Las diferencias en actividad de superficie entre las proteínas no pueden atribuirse a su distinto cociente de restos hidrófobos/restos hidrófilos. Si el determinante fundamental de la actividad de superficie de las proteínas fuese el cociente hidrófoba/hidrófila, las proteínas de los vegetales (más del 40% de cuyos restos aminoacídicos son hidrófobos), deberían tener mayor actividad de superficie que las albúminas, como la ovoalbúmina y la seroalbúmina bovina, cuyos restos aminoacídicos hidrófobos representan menos del 30% del total. Por el contrario, la ovoalbúmina y la seroalbúmina son mejores emulgentes y espumantes que las proteínas de soya y otras proteínas de procedencia vegetal. Además, las partes hidrófobas promedio de la mayor parte de las proteínas son muy perecidas, y sin embargo las diferencias en actividad de superficie están primordialmente relacionadas con las que se dan en la conformación proteínica. Los factores de importancia en la conformación son, entre otros (Fennema, 1982):

1. La estabilidad/flexibilidad de la cadena polipeptídica.
2. La adaptabilidad a los cambios experimentados por el entorno.
3. El esquema de distribución de los grupos hidrófilos e hidrófobos en la superficie.

Todos estos factores conformacionales son interdependientes y colectivamente tienen gran influencia sobre la actividad de superficie de las proteínas.

Se ha demostrado que las proteínas con una actividad de superficie apropiada para fines tecnológicos poseen tres atributos (Fennema, 1982):

1. Adsorberse rápidamente en la interfase.
2. Desplegarse y reorientarse rápidamente en la interfase.
3. Capacidad, una vez situadas y orientadas en la interfase, de interactuar con las moléculas vecinas y formar una película viscoelástica fuerte, que soporte los movimientos mecánicos y térmicos.

En la formación de emulsiones estables, durante la homogenización, el primero y más crítico de los sucesos es la adsorción espontánea y rápida de las proteínas en la interfase recién creada. La rapidez con que puede adsorberse una proteína en la interfase grasa-agua depende del esquema de distribución de zonas hidrófilas e hidrófobas en su superficie. Si la superficie de la proteína es extremadamente hidrófila y no contiene zonas apreciablemente hidrófobas, probablemente no se adsorberá, porque su energía libre será inferior en la fase acuosa que en la interfase y en la fase apolar. A medida que aumenta el número de zonas hidrófobas en la superficie, va siendo más probable su adsorción espontánea en la interfase. Los restos hidrófobos distribuidos al azar sobre la superficie de la proteína no constituyen zonas hidrófobas ni poseen suficiente energía de interacción para anclar firmemente la proteína en la interfase. Aunque más del 40% de la superficie accesible de la proteína esté recubierta de restos apolares, no promoverán la adsorción de la proteína a menos que se agrupen en zonas segregadas. En otras palabras, las características moleculares de la superficie de la proteína influyen enormemente en su capacidad de adsorberse espontáneamente en la interfase y en su eficiencia como estabilizante de dispersiones (Fennema, 1982).

Las proteínas se adsorben a la interfase de diferente modo a como lo hacen las sustancias tensoactivas de bajo peso molecular. Los surfactantes de bajo peso molecular, como los fosfolípidos y los monoacilglicérols, carecen de impedimentos conformacionales a su adsorción y orientación, porque sus porciones hidrófila e hidrófoba están situadas en los extremos de la molécula. En las proteínas, en cambio, la adsorción y orientación están limitadas por el esquema de distribución de grupos hidrófobos e hidrófilos en la superficie y por la rigidez estructural de la molécula. Como las moléculas proteínicas son voluminosas y están plegadas, una parte considerable de la molécula permanece, después de su adsorción, en la fase dispersante y sólo una pequeña porción de la misma se encuentra anclada en la superficie (Figura 10). La tenacidad con que la molécula proteínica permanece en la interfase depende del número de segmentos peptídicos que se han fijado en ella y de la energía de la interacción entre estos segmentos y la interfase. El número de segmentos peptídicos anclados en la interfase depende, en parte, de la flexibilidad conformacional de la molécula. Las moléculas muy flexibles, como las caseínas, pueden sufrir cambios conformacionales rápidos después de la adsorción en la interfase, lo que

permitirá la fijación a la misma de otros segmentos polipeptídicos. Por otro lado, las proteínas globulares rígidas, como la lisozima y las proteínas de la soya, no pueden sufrir cambios conformacionales acusados en la interfase.

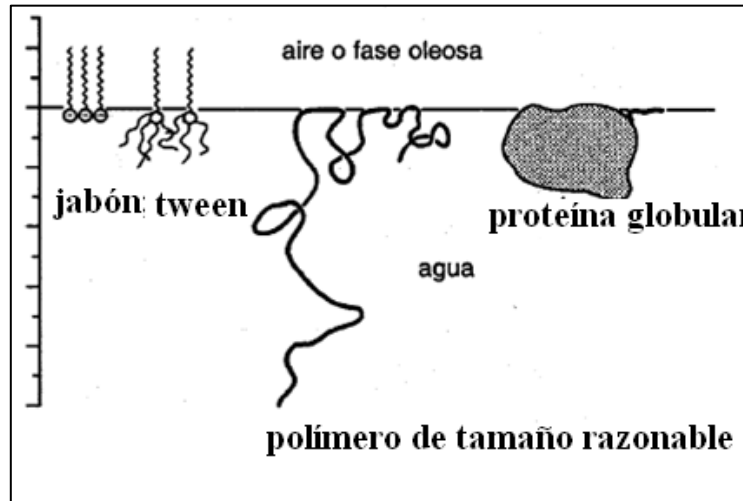


Figura 10. Mecanismo de adsorción de diversos emulsificantes en la interfase aceite-agua o aire (Fennema, 1982).

En la interfase, las cadenas polipeptídicas asumen una o más de las tres configuraciones siguientes trenes, bucles y colas (Figura 10). Los primeros son segmentos que contactan directamente con la interfase; los bucles son segmentos del polipéptido suspendidos en la fase acuosa y las colas son segmentos N-C terminales de la proteína que generalmente se sitúan en la fase acuosa. La distribución relativa de estas tres configuraciones depende de las características conformacionales de la proteína. Cuanto mayor sea la proporción de segmentos polipeptídicos en la configuración en tren más fuerte será la unión y menor la tensión interfacial (Fennema, 1982).

La resistencia mecánica de una película proteínica interfacial depende de las interacciones cohesivas intermoleculares: interacciones electrostáticas atractivas, puentes de hidrógeno e interacciones hidrofóbas. La polimerización interfacial de las proteínas adsorbidas vía intercambios disulfuro-sulfhidrilo aumenta también la viscoelasticidad. Cuando la proteína (en la película interfacial) alcanza una concentración del 20-25 % (p/v), se encuentra formando casi un gel. El balance de las diversas interacciones no covalentes es crucial para la estabilidad y las propiedades viscoelásticas de esta película, que tiene características similares a las de un gel. Por ejemplo, si las interacciones hidrofóbicas son demasiado fuertes puede producirse la agregación interfacial, la coagulación y la

precipitación de la proteína, lo que perjudicará a la integridad de la película. Si las fuerzas electrostáticas repulsivas son más fuertes que las interacciones atractivas, puede impedirse la formación de una película gruesa. Por tanto, para formar una película viscoelástica estable, se requiere un equilibrio adecuado de fuerzas atractivas, repulsivas y de hidratación (Fennema, 1982).

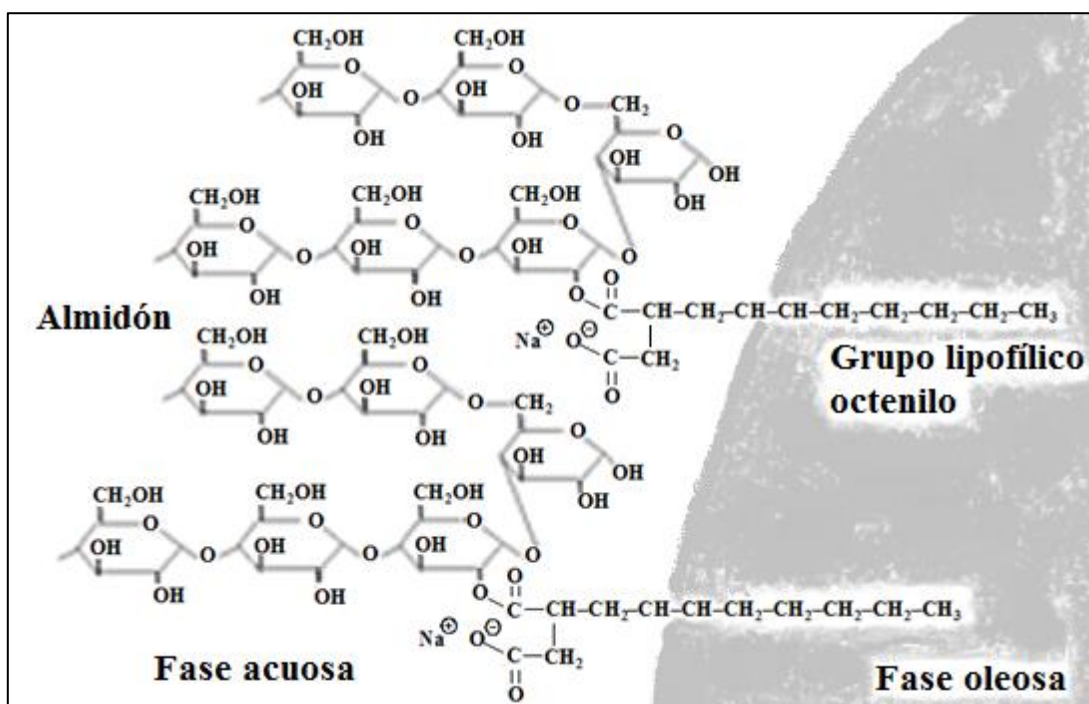


Figura 11. Almidón lipofílico rodeando una gota de aceite (EmCap, 2012).

Además de los emulsificantes antes mencionados, se usan recientemente almidones modificados; destaca entre éstos el almidón lipofílico, producido por esterificación con anhídrido octenil succínico (denominado OSA). Estudios han demostrado por medio de mediciones de tensión interfacial que los almidones con OSA son sustancias tensoactivas (carácter anfifílico), además, su estructura macromolecular le proporciona capacidad para modificar la viscosidad de la fase acuosa y por lo tanto estabilizar emulsiones aceite en agua, las cadenas laterales cortas (succinato octenilo) se sitúan en la interfase aceite-agua y la cadena principal larga (amilopectina) protege a las gotas contra la floculación por el mecanismo de estabilización estérica (Figura 11). El sustituyente OSA contiene un ácido carboxílico cargado negativamente y podría ser considerado como un polielectrolito débilmente cargado, ya que el grado de sustitución de almidón OSA para su aplicación en

alimentos es típicamente baja. Almidones OSA se han utilizado con éxito por muchos años para la encapsulación y para emulsiones de bebidas, las principales ventajas de estos almidones es que son casi incoloros e insípidos en solución, son solubles en agua fría y representan una disminución en los costos al actuar como emulsificantes y estabilizantes simultáneamente (Tesch y col., 2002).

En resumen las principales funciones de los emulsionantes y/o estabilizantes son:

1. Fuerte adsorción, para lograr buen anclaje en la interfase.
2. Formar una película protectora alrededor de las gotas dispersas.
3. Disminuir la tensión interfacial.
4. Impartir a las partículas cargas eléctricas de igual signo a fin de favorecer la repulsión entre las mismas, debido a que la estabilidad de la emulsión depende también de las interacciones de las fuerzas que se dan entre las moléculas que la forman. Por ejemplo los emulsionantes de tipo aniónico deben aportar cargas eléctricas del mismo signo a las partículas de la fase dispersa. De esta manera la fuerza de repulsión entre las partículas prevalece sobre la fuerza atractiva de Van der Waals y las colisiones debidas al movimiento Browniano (Aubero & Monterrer, 2002).

#### **1.1.4 Mecanismos de adsorción en la interfase**

En muchos productos alimentarios están presentes varios emulsionantes simultáneamente, por ejemplo en el huevo y la leche. En estos casos se han descrito tres tipos de mecanismos de adsorción en la interfase.

##### **⊕ Competitiva.**

La interfase consiste en una monocapa homogénea formada por el emulsionante que rebaja en mayor medida la tensión interfacial, siendo capaz de desplazar a otros con propiedades interfaciales más pobres. Una de las consecuencias evidentes de la adsorción competitiva es que la composición de la capa de emulsionante en la interfase es diferente a la existente en la fase continua. La siguiente secuencia muestra la actividad interfacial comparada de algunos emulsionantes alimentarios de referencia: emulsionantes de baja masa molecular (tensioactivos) >> proteínas flexibles y grandes ( $\beta$ -caseína) > proteínas globulares pequeñas (lactoglobulina) > polisacáridos (Muñoz y col., 2007).

⊕ Asociativa.

La interfase está formada por una monocapa compuesta por varios emulsionantes, que por tanto es de naturaleza heterogénea (Figura 12). Las forman frecuentemente mezclas de emulsionantes naturales y sintéticos. Otro ejemplo es el de emulsionantes naturales, como el huevo, donde existen mezclas de lipoproteínas y fosfolípidos (Muñoz y col., 2007).

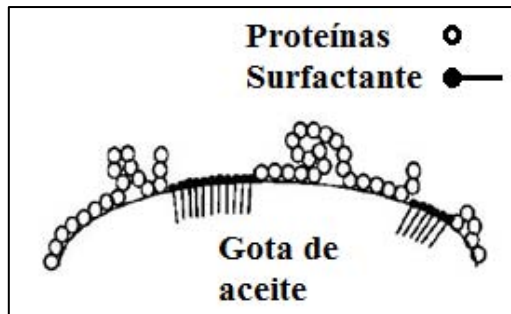


Figura 12. Monocapa compuesta por proteínas y surfactantes de bajo peso molecular (McClements, 1999).

⊕ Secuencial

Se forman multicapas por adsorción de una capa de emulsionante sobre otra de un emulsionante distinto. Este sería el caso de la adsorción de polisacáridos sobre la interfase de gotas de aceite recubiertas de emulsionante (Muñoz y col., 2007).

### 1.1.5 Interacciones proteína-polisacárido

La composición de muchas emulsiones alimentarias incluye proteínas (emulsionantes) y polisacáridos (estabilizantes), biopolímeros que conjuntamente controlan la consistencia y textura del producto. Son de hecho, los compuestos responsables de la estructura de las emulsiones, junto con las gotas de la fase dispersa. Las proteínas y polisacáridos presentes en una formulación pueden interactuar de formas diferentes según sus respectivas estructuras químicas, temperatura y el resto de la composición (Dickinson, 1993). Las interacciones se pueden dividir en dos grupos: interacciones atractivas y repulsivas, y son las responsables de la formación de complejos y de la inmiscibilidad de biopolímeros. Al mezclar una solución de proteínas con una de polisacáridos se puede observar alguno de los comportamientos que se representan en la Figura 13 (Rodríguez & Pilosof, 2011).



### ⊕ Coacervación compleja

Las interacciones atractivas entre proteínas y polisacáridos pueden conducir a la formación de complejos solubles (Figura 13 a) y/o insolubles (Figura 13 b). La formación de complejos insolubles conduce a un fenómeno de separación de fases llamado coacervación compleja o separación de fases asociativa. Básicamente, la separación de fases asociativa implica la formación de complejos macromoleculares que interactúan para formar agregados eléctricamente neutralizados, que finalmente sedimentan para formar la fase de coacervado que contiene ambos biopolímeros (Rodríguez & Pilosof, 2011).

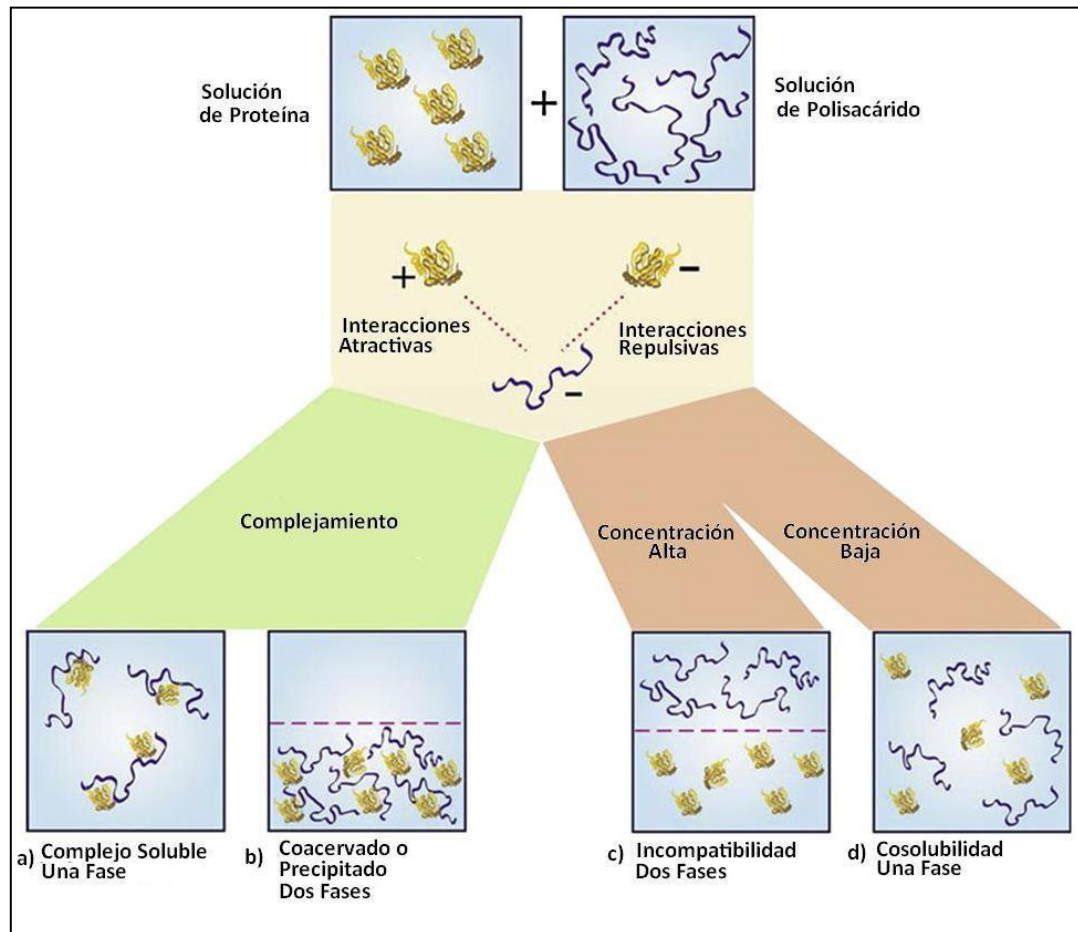


Figura 13. Cuatro posibles sistemas obtenidos por mezclar soluciones de una proteína y un polisacárido (Matalanis y col., 2011).

El mecanismo dinámico de coacervación compleja en sistemas proteína-polisacárido puede ser un proceso de nucleación y crecimiento. Las fases coexistentes son, una fase rica en disolvente con muy bajas cantidades de biopolímeros y una fase que contiene los polímeros complejados. La asociación de proteínas y polisacáridos es de

origen físico, resultante de enlaces iónicos, de hidrógeno o interacciones hidrófobas. La contribución de interacciones electrostáticas es predominante en mezclas donde las proteínas tienen carga positiva ( $\text{pH} < \text{pI}$ ) y los polisacáridos tienen carga negativa, formando así fuertes complejos electrostáticos. Los complejos más débiles son reversibles y tienden a formarse entre polisacáridos aniónicos y proteínas con carga total cercana a cero ( $\text{pH} \approx \text{pI}$ ) o una carga neta negativa ( $\text{pH} > \text{pI}$ ). En ciertos casos las atracciones electrostáticas pueden llevar a la formación de complejos solubles, obteniéndose un sistema de una sola fase. En este caso estamos en presencia del efecto de solubilidad por complejamiento (Figura 13 a) (Rodríguez & Pilosof, 2011).

Existe una relación entre la formación de complejos con la composición, la estructura y las propiedades de los biopolímeros. Los biopolímeros se ponen en contacto durante el complejamiento y forman zonas de unión que son regiones donde se juntan segmentos de dos o más moléculas de diferentes biopolímeros. La heterogeneidad de las zonas de unión en términos de tamaño y estabilidad se debe a diferencias en la estructura química, el tamaño y la forma de las cadenas que interactúan (Rodríguez & Pilosof, 2011).

El área de contacto entre moléculas de proteínas globulares está limitada por su topografía. La conformación rígida y compacta de las proteínas globulares restringe el número de grupos con cargas opuestas capaces de interactuar unos con otros. El número de posibles zonas de unión en proteínas esféricas como las globulares es menor que para otras proteínas con estructuras más desordenadas y flexibles (Rodríguez & Pilosof, 2011).

#### ⊕ Incompatibilidad termodinámica

La presencia de interacciones repulsivas entre segmentos de polímeros químicamente diferentes en solución, conducen a una alta probabilidad de exclusión mutua de cada soluto polimérico. A altas concentraciones de polímero, la repulsión neta entre el soluto de las dos especies a nivel molecular hace que el sistema se separe espontáneamente en dos fases distintas (Figura 13 c). Este fenómeno es conocido como incompatibilidad termodinámica, es comúnmente exhibido por soluciones semidiluidas o concentradas con mezclas de proteínas y polisacáridos (Rodríguez & Pilosof, 2011).

La incompatibilidad termodinámica principalmente se produce a pH superior a la proteína, pH isoeléctrico y/o con altas fuerzas iónicas. La separación de fases de mezclas de proteínas y polisacáridos se produce por encima de una concentración crítica.

Generalmente, la separación ocurre cuando la concentración total de los componentes macromoleculares excede el 4 %, incluso a concentraciones totales del 1 %, se han observado fenómenos segregativos. A bajas concentraciones y donde domina la entropía de mezclado, la proteína y el polisacárido coexisten en una sola fase que contiene a los biopolímeros en dominios en los que se excluyen mutuamente (Figura 13 d) (Rodríguez & Pilosof, 2011).

Además, la incompatibilidad puede aumentar por el efecto de otros factores: el aumento del peso molecular y la rigidez estructural de los biopolímeros, la desnaturalización de proteínas globulares debido al incremento de la hidrofobicidad y al tamaño de las cadenas polipeptídicas agregadas, el aumento de la concentración de sales y de la temperatura (Rodríguez & Pilosof, 2011).

La estructura química de los polisacáridos es el factor que más afecta la incompatibilidad y la separación de fases en sistemas de proteínas y polisacáridos. La incompatibilidad disminuye en el siguiente orden: polisacáridos con grupos carboxilo > polisacáridos neutros > polisacáridos con grupos sulfato. Además, los polisacáridos lineales son más incompatibles con las proteínas que los polisacáridos ramificados. La incompatibilidad termodinámica también varía por la presencia de otros componentes como moléculas lipofílicas y moléculas de sacarosa, los cuales presentan en general un efecto negativo y positivo, respectivamente (Rodríguez & Pilosof, 2011).

En general la formación de complejos proteína-polisacárido en la fase continua puede retardar la cinética de adsorción en la interfase; la presión superficial puede aumentar o disminuir pero las propiedades elásticas de las películas interfaciales son más altas, comparadas con las películas construidas solo por proteínas, los complejos neutros y de adsorción secuencial pueden construir películas interfaciales viscoelásticas más densas. Un problema a considerar en la adsorción secuencial es la alta tendencia de las emulsiones a la floculación después de su preparación, atribuida a dos mecanismos, el primero cuando el contenido de polisacáridos es tan bajo que las gotas pueden colisionar antes de que la interfase pueda ser saturada, el segundo cuando la concentración de polisacárido no adsorbido excede un valor crítico (Rodríguez & Pilosof, 2011).

En condiciones de compatibilidad termodinámica limitada entre las proteínas y polisacáridos en la fase continua, ambos componentes se adsorben cooperativamente en la

interfase si existe espacio suficiente, es decir, a concentraciones por debajo de la saturación de monocapa de cada componente. Si la concentración de ambos componentes permite la saturación de monocapa, habrá una competencia por la interfase (adsorción competitiva). La composición final de la interfase y sus propiedades reológicas dependerá de la actividad de la superficie, velocidad de adsorción y la capacidad de formación una película proteína-polisacárido. Durante la adsorción competitiva entre polisacáridos y proteínas en concentraciones altas, la presión superficial se controla inicialmente por el componente que se adsorbe más rápidamente y a continuación, por lo que es más tensoactivo. Si uno de los componentes es más tensoactivo que el otro, la presión en la superficie sería absolutamente dominada por el componente que exhibe la actividad superficial más alta si este componente también forma las películas más elásticas. En este caso las propiedades reológicas de la superficie controlarían la competencia, debido a la rápida formación de una película elástica que actúa como una barrera contra la adsorción del componente que forma películas débiles (Rodríguez & Pilosof, 2011).

#### **1.1.6 Tipos de inestabilidad en emulsiones**

Desde un punto de vista termodinámico las emulsiones son por definición sistemas inestables y por lo tanto, el mejoramiento de su estabilidad sólo puede lograrse al afectar su cinética. Varios mecanismos de inestabilidad están en base a cambios en el tamaño, número y arreglo de las gotas. A continuación se describen los principales tipos de inestabilidad (Fennema, 1982).

##### **⊕ Maduración de Ostwald.**

Causado por la diferencia en la solubilidad entre los glóbulos de la fase dispersa, siendo los más pequeños los que tienen una mayor solubilidad, debido a que poseen una menor área superficial y energía potencial en la interfase entre sus glóbulos, permitiéndoles con esto, adentrarse y almacenarse en los más grandes, provocando el aumento o crecimiento de estos últimos (Figura 14). La maduración de Ostwald no suele ocurrir en las emulsiones aceite en agua, porque las grasas usualmente utilizadas son constituidas por triglicéridos que son insolubles en agua. Las emulsiones agua en aceite son las que pueden sufrir la maduración de Ostwald causada por un almacenamiento prolongado. Se puede impedir fácilmente, añadiendo un soluto apropiado a la fase acuosa (uno insoluble en agua) (Fennema, 1982).

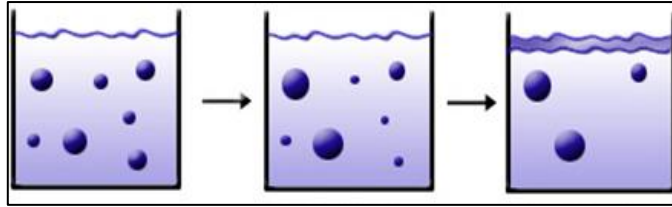


Figura 14. Glóbulos de una emulsión incorporándose a los glóbulos más grandes (Fennema, 1982)

⊕ Cremado (o desnatado)

Si entre la fase dispersa y la fase continua hay una diferencia de densidad, las partículas se verán sometidas a una fuerza de empuje. De acuerdo con Arquímedes, la fuerza de empuje para las esferas está definida por la Ecuación 1. La esfera sedimenta a una velocidad lineal y sufre una fuerza de fricción que, de acuerdo con Stokes, está definida por la Ecuación 2. Si combinamos ambas obtendremos la ecuación de velocidad de sedimentación de Stokes (Ecuación 3) (Fennema, 1982).

$$fuerza\ de\ empuje = a\pi d^3(\rho_D - \rho_C)/6 \quad (1)$$

$$fuerza\ de\ fricción = 3\pi d^3\eta_c v \quad (2)$$

$$v_s = \frac{a(\rho_D - \rho_C)d^2}{18\eta_c} \quad (3)$$

Dónde:

$v_s$  = Velocidad de sedimentación

$a$  = Aceleración

$\rho_D$  = Densidad de la fase dispersa

$\rho_C$  = Densidad de la fase continua

$d$  = Diámetro de la partícula

$\eta_c$  = Viscosidad de la fase continua

La sedimentación depende considerablemente del tamaño de partícula y la viscosidad (ordinariamente si la viscosidad disminuye la velocidad de sedimentación

aumenta). Si la diferencia de densidad en la Ecuación 3 es negativa se habla de cremado (o desnatado) (Figura 15). Aunque la ecuación anterior es útil para predecir tendencias, casi nunca es válida, entre los factores que son causa de variaciones en el cumplimiento de la ecuación están:

1. Las partículas no son esferas homogéneas

Las partículas anisométricas tienden a sedimentar más lentamente que las esféricas porque se orientan durante la sedimentación de forma que se maximice la fricción; es decir, que una partícula con forma de placa adoptará una orientación horizontal. Un agregado de partículas, incluso si son esféricas, sedimentará más lentamente que una esfera homogénea del mismo tamaño, puesto que el líquido intersticial del agregado disminuye la diferencia efectiva de densidad (Fennema, 1982).

2. Si se forman agregados de partículas, la velocidad de sedimentación aumenta.

El incremento en  $d^2$  es siempre mayor que el descenso en  $\Delta\rho$ . Además, como los agregados de mayor tamaño sedimentan más deprisa, alcanzan a los más pequeños y aumentan aún más de tamaño, lo que conduce a una aceleración progresiva de la velocidad de sedimentación. Se puede incrementar así la velocidad de sedimentación en varios órdenes de magnitud (Fennema, 1982).

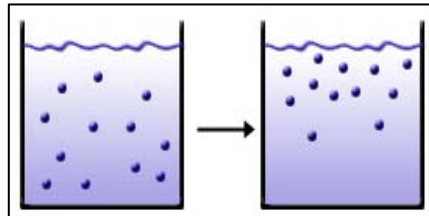


Figura 15. Cambio de una emulsión estable a una emulsión con cremado (Fennema, 1982).

#### ⊕ Agregación

Ocurre cuando dos o más gotas se agregan (Figura 16), debido a las colisiones provocadas por el movimiento Browniano, conservando su individualidad también se usan los términos floculación y coagulación, con frecuencia con una connotación más específica; el primero se refiere a la agregación reversible y el último a la irreversible). Esto da origen a una estructura interna caracterizada por la formación de agregados en donde parte de la fase continua es atrapada en los espacios existentes entre las gotas floculadas. Cada segmento se comporta como si tuviese un volumen mayor que aquel dado por la suma las

gotas individuales del cual está constituido. La agregación se ve favorecida por el aumento del movimiento browniano, la separación de fases, la aplicación de fuerzas mecánicas y/o un exceso de proteína o a la presencia de polisacáridos no adsorbidos, lo que ocasiona un incremento en la fuerza atractiva entre los glóbulos, debido a un efecto osmótico asociado a la exclusión de los biopolímeros de una región estrecha que rodea y separa a cada partícula (floculación por depleción). Uno de los factores que influye en la estabilidad de las emulsiones contra la floculación es el tipo de agente emulsificante empleado. En el caso de emulsiones estabilizadas con compuestos de bajo peso molecular, tales como electrólitos o las sustancias tensoactivas tipo detergentes, la velocidad de floculación está influenciada por las fuerzas de atracción de London-Van der Waals y por la repulsión electrostática entre las dobles capas de igual signo existentes en la superficie de las gotas. Sin embargo, en el caso de emulsiones estabilizadas con agentes macromoleculares como lo son las proteínas y las gomas, que es el caso de las emulsiones alimenticias, la tasa de floculación se ve afectada por factores de tipo estérico (Fennema, 1982).

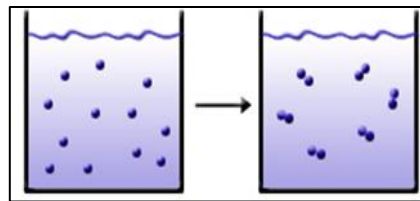


Figura 16. Cambio de una emulsión estable a una emulsión con floculos (Fennema, 1982).

#### ⊕ Coalescencia

Es la colisión de dos o más gotas para la formación de una sola (Figura 17). La coalescencia es inducida por la rotura de la película fina (laminilla) que separa las gotas próximas, si en la película se forma un pequeño orificio (la probabilidad de que se rompa la película será proporcional a su área), las gotas convergerán. La probabilidad de coalescencia, cuando es posible, será proporcional al tiempo durante el cual las gotas permanezcan próximas (como en la nata). La coalescencia es menos probable bajo los siguientes principios:

1. En las gotas más pequeñas.

Las gotas más pequeñas tienen una película de menor área y por tanto menor probabilidad de ruptura de la misma; se necesitan más coalescencias para obtener gotas de un cierto tamaño; la velocidad de desnatado disminuye. En la práctica, la variable fundamental suele ser tamaño de gota medio (Fennema, 1982).

2. Cuanta más gruesa sea la película que separa las gotas.

Una película más gruesa supone fuerzas repulsivas más intensas o de mayor alcance, entre las gotas que les conceden mayor estabilidad contra la coalescencia (Fennema, 1982).

3. Cuanto mayor es la tensión interfacial.

Esto puede parecer extraño, porque para hacer una emulsión se necesitara un surfactante y los surfactantes disminuyen  $\gamma$ . Valores de  $\gamma$  más pequeños implican que el sistema tiene menor energía libre de activación para la rotura de la película, que es mayor cuanto mayor sea  $\gamma$ , porque un valor de  $\gamma$  grande dificulta más la deformación de la película y la deformación facilita la ruptura (Fennema, 1982).

Estos principios sugieren que las proteínas son muy idóneas para evitar la coalescencia ya que no rebajan mucho el valor de  $\gamma$  con frecuencia generan repulsiones considerables, tanto eléctricas como estéricas, sin embargo la hidrólisis parcial de las proteínas puede dificultar gravemente su capacidad de impedir la coalescencia. La mayor parte de los surfactantes de bajo peso molecular rebajan mucho la tensión interfacial (un valor bajo de  $\gamma$  favorece la coalescencia), por ello los más eficaces son los surfactantes que proporcionan una repulsión estérica considerable, como los Tweens, los surfactantes iónicos solo son efectivos contra la coalescencia a fuerzas iónicas muy bajas (Fennema, 1982).

Las emulsiones alimentarias pueden exhibir coalescencia en condiciones extremas. Por ejemplo, durante la congelación, la formación de cristales de hielo fuerza a las gotas de emulsión a aproximarse, lo que suele promover una intensa coalescencia, otra condición extrema es la centrifugación, que acelera la formación de nata. Predecir la velocidad de coalescencia es siempre muy difícil. El mejor método para ello consiste en medir (por algún método) el tamaño de gota medio y el cambio sufrido a lo largo del tiempo (Fennema, 1982).



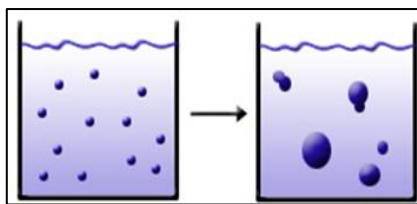


Figura 17. Cambio de una emulsión estable a una emulsión coalescida (Fennema, 1982).

#### ⊕ Inversión de fases

Es el proceso mediante el cual una emulsión agua en aceite se convierte en una emulsión aceite en agua (Figura 18), o viceversa (Fennema, 1982). La fisicoquímica básica de la inversión de fases es extremadamente complicada, involucra aspectos de la floculación, la coalescencia, la coalescencia parcial. La inversión de fases es dividida en dos diferentes categorías, de acuerdo a la forma en que es originada (McClements, 1999).

##### 1. Inversión de fases inducida por surfactantes.

Ocurre cuando una emulsión es estabilizada por surfactantes de bajo peso molecular, y puede ser de tipo transicional o catastrófica, dependiendo de los mecanismos fisicoquímicos involucrados. La inversión de fases transicional es causada por cambios en la geometría molecular de las moléculas del surfactante en respuesta a alteraciones en solución o a condiciones del medio, por ejemplo, la temperatura, fuerza iónicas y HLB. La inversión de fases catastrófica usualmente ocurre se incrementa la fracción volumétrica de fase dispersa por encima de un valor crítico. Cuando la concentración es gradualmente incrementada, produce un cambio dramático en las características del sistema. El punto donde ocurre la inversión de fases depende de la intensidad de la agitación y la velocidad a la cual se agrega la fase dispersa a la emulsión. La inversión de fases transicional es usualmente reversible, mientras que la inversión de fases catastrófica es irreversible (McClements, 1999).

##### 2. Inversión de fases inducida por cristalización de la grasa.

Cuando una emulsión (aceite en agua), que contiene gotas completamente líquidas es enfriada a una temperatura donde las gotas son parcialmente cristalizadas y luego es agitada puede ser sometida a una inversión de fases y convertirse a una emulsión agua en aceite. Este tipo de inversión de fases depende principalmente de la cristalización de la grasa y la resistencia de las gotas a la coalescencia parcial (McClements, 1999).

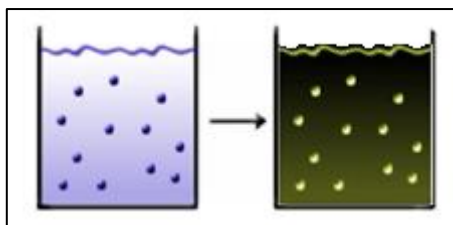


Figura 18. Cambio de una emulsión estable aceite en agua a una emulsión agua en aceite (Fennema, 1982).

### 1.1.7 Coalescencia parcial

La coalescencia parcial es un tipo de inestabilidad que ocurre únicamente si están presentes partículas sólidas en la fase dispersa por lo tanto, para que una emulsión aceite en agua se lleve a cabo es necesaria la presencia de cristales de grasa. La nucleación y cristalización de la grasa contenida en la fase oleosa tiene lugar durante el enfriamiento, después de alcanzar un cierto grado de subenfriamiento. Los cristales formados inicialmente en los glóbulos de grasa se pueden mover libremente, aunque es termodinámicamente más favorable que los cristales de grasa se sitúen en la interfase, incluso algunos pueden sobresalir hacia la fase acuosa; durante la cristalización posterior y por efecto de las fuerzas de atracción de van der Waals se forma una red rígida interna de cristales, estos estarán limitados para no moverse a la interfase; el número de cristales sobresalientes incrementa con la disminución de la temperatura por lo tanto la materia cristalina aumenta. Cuando dos glóbulos con materia cristalina se encuentran cerca, un cristal puede sobresalir y penetrar la interfase del otro glóbulo formando un puente (Figura 19), si dentro de los glóbulos existe suficiente aceite líquido éste recubrirá el puente en lugar de la fase acuosa, reforzando el enlace, la probabilidad de que se forme el puente se incrementa con la disminución de la distancia entre los glóbulos, aun cuando el puente se hace más sólido y más grande con el envejecimiento de la emulsión, la forma y contenido de los glóbulos no se ve comprometida debido a que la red interna mantiene un acomodo, impidiendo así la unión completa de los dos glóbulos (Figura 20) (Fredrick y Col., 2010).

Teniendo en cuenta el mecanismo descrito anteriormente, se citan a continuación los criterios principales que deben cumplirse para lograr la coalescencia parcial en una emulsión aceite en agua.

- ⊕ La fase dispersa sea parcialmente cristalina.

- ⊕ Los cristales presentes en los glóbulos sean capaces de formar una red y por lo menos uno sobresalga de la interfase a la fase acuosa.
- ⊕ La distancia existente entre dos glóbulos sea menor que el tamaño de la parte que sobresale el cristal
- ⊕ Dentro del glóbulo debe existir aceite líquido no inmovilizado por la red cristalina.

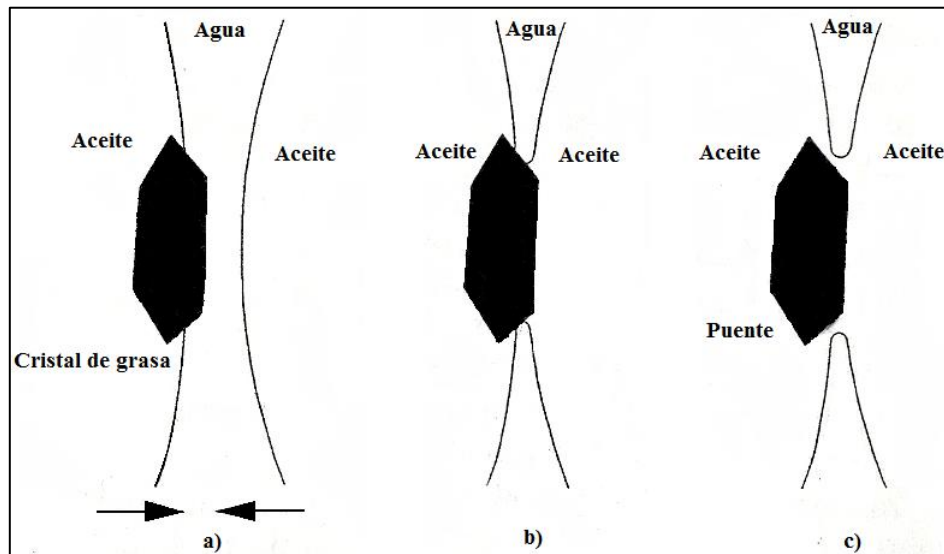


Figura 19. Salida e incorporación de un cristal de grasa a la interfase (Boode y Col., 1991).

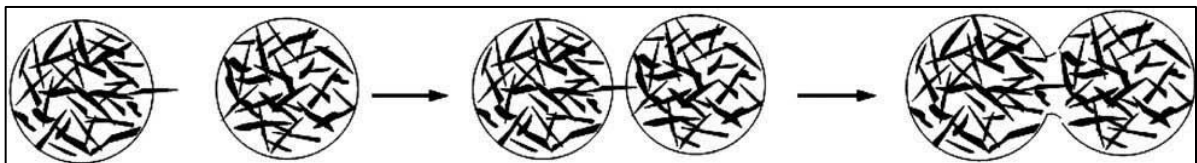


Figura 20. Representación esquemática del mecanismo de la coalescencia parcial (Fredrick y col., 2010).

Diferencias en la susceptibilidad de las emulsiones aceite en agua a la coalescencia parcial pueden causar variaciones en el estado final de la emulsión. Los glóbulos de grasa que sufren coalescencia parcial rápida se agregaran hasta estar en una red continua, el resultado es una inversión de una emulsión aceite en agua a una agua en aceite, después de la fusión de los cristales de grasa generalmente ocurre una separación de fases, con una capa de aceite en la parte superior y una capa acuosa en la parte inferior. La coalescencia parcial lenta, por otro lado, puede conducir a la formación de agregados más propensos al cremado que los glóbulos originales individuales. En la capa de crema los grupos están más estrechamente ubicados, lo que puede incrementar la velocidad de coalescencia parcial,

mientras que en la capa inferior la velocidad será aún más baja que en la emulsión original. Estas diferencias en la susceptibilidad a la coalescencia parcial sugieren la aparición de diferentes tipos de coalescencia parcial. En la literatura han sido observados experimentalmente cuatro tipos de coalescencia parcial, caracterizados por el cambio en la distribución del tamaño de partícula y la presencia o ausencia de una capa de grasa en la parte superior de la emulsión (Figura 21), ambos evaluados después de un calentamiento de 45 °C (con la finalidad de obtener glóbulos esféricos en todos los casos) y después de la formación de cremado. Estas distintas eficiencias de coalescencia entre los grupos y los glóbulos individuales de diferente tamaño determinan principalmente los cambios en la distribución del tamaño de glóbulo y por lo tanto, el tipo de coalescencia parcial (Fredrick y Col., 2010).

⊕ Tipo A: Todos los glóbulos participan y forman grupos irregulares, después de la fusión, la emulsión tiene una distribución del tamaño de partícula monomodal y se obtiene un tamaño de partícula mayor.

⊕ Tipo B: Se crean grupos grandes y cremado fuera de la emulsión, tras la fusión los glóbulos formados son más grandes que los originales.

⊕ Tipo C: Algunos glóbulos de grasa participan en la coalescencia parcial rápida, dando lugar a grupos de cremado fuera de la emulsión, mientras que los glóbulos de grasa restantes muestran una distribución de tamaño inalterable.

⊕ Tipo D: Grandes grupos se forman, que rápidamente forman cremado después del calentamiento y la emulsión restante muestra una distribución de tamaño menor que las gotas originales.

De lo anterior se puede suponer que los factores que gobiernan significativamente la velocidad de coalescencia parcial afectarán a las propiedades físicas de la emulsión aceite en agua. La velocidad de agregación o coalescencia parcial se puede definir como el producto de la frecuencia de colisión y la eficiencia de captura  $\alpha$ . La eficiencia de captura es la probabilidad de que dos gotas se adhieran después del acercamiento. Los factores que afectan a la frecuencia de colisión y la eficiencia de captura también modifican la velocidad de coalescencia parcial durante el procesamiento. Dentro de la amplia variedad de factores que influyen, se hace distinción entre los parámetros de proceso, la composición y la formulación de la emulsión (Fredrick y Col., 2010).

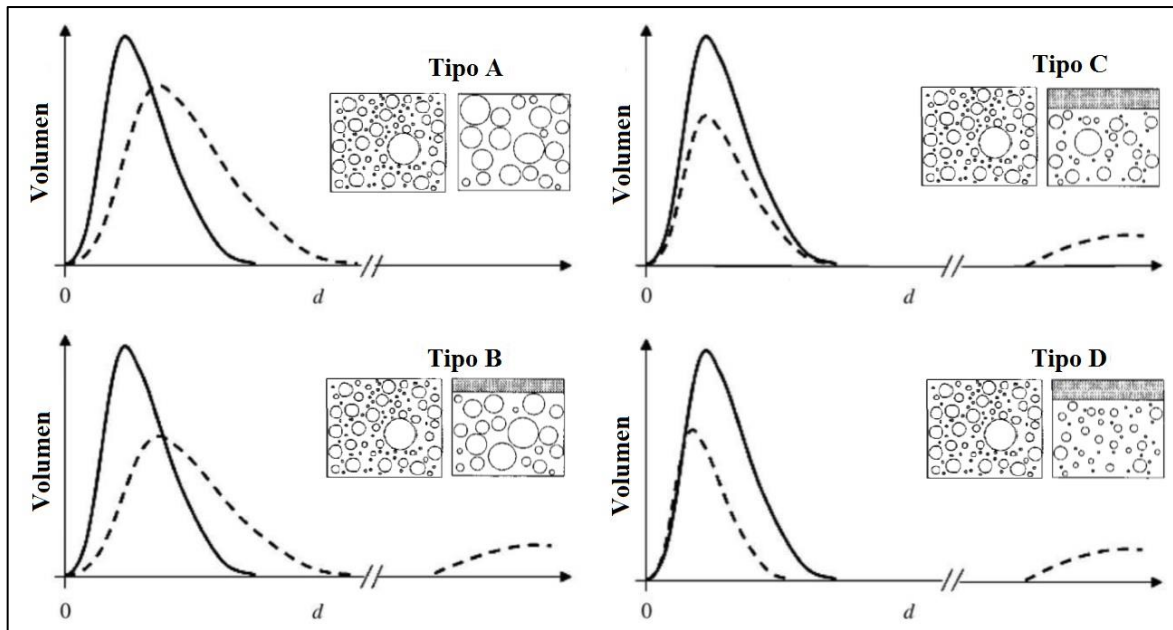


Figura 21. Tipos de coalescencia parcial. Las líneas continuas representan la distribución del tamaño de partícula antes de la coalescencia parcial y las líneas discontinuas representan la distribución del tamaño de partícula después de la coalescencia parcial (Fredrick y Col., 2010).

Los principales parámetros del proceso que afectan a la aparición y la velocidad de coalescencia parcial son las fuerzas de cizalla mecánica (condiciones de flujo) y el tiempo-temperatura ( $t$ ,  $T$ ) aplicado al procesar.

#### ⊕ Condiciones de flujo

El acercamiento entre las gotas en una emulsión en reposo se determina por el movimiento browniano y el comportamiento al cremado. La frecuencia de colisión aumenta cuando existen fuerzas hidrodinámicas presentes y será aproximadamente proporcional a la velocidad de cizallamiento en flujo laminar. En el caso de otros tipos de flujo (en el que se producen vórtices de Taylor o en flujo turbulento) la frecuencia de colisión y por lo tanto la velocidad de coalescencia parcial pueden ser incluso superiores. Por otra parte, la eficiencia de captura también se incrementa cuando se aplica un gradiente de velocidad. Durante el flujo la eficiencia de captura aumenta por dos causas. La primera es que las gotas rodaran sobre las otras dando una mayor probabilidad de que sobresalgan cristales y por lo tanto que se aproximen, la segunda es que las gotas son fuertemente forzadas a permanecer juntas lo que resulta en el acortamiento de la distancia entre gotas (menor a la distancia que en el movimiento browniano). La barrera de repulsión es superada y la

distancia del cristal sobresaliente puede ser mayor que la distancia entre las gotas y provocar la perforación del glóbulo (Fredrick y col., 2010).

⊕ La temperatura

La temperatura y la historia térmica definen en gran medida la susceptibilidad de una emulsión de aceite en agua a la coalescencia parcial, ya que determina el estado físico de las gotas de aceite. La cristalización de las gotitas de aceite se lleva a cabo al aplicar un cierto grado de subenfriamiento. En la nucleación se crean cristales y posteriormente comienzan a crecer. El contenido de grasa sólida (SFC, por sus siglas en inglés), la morfología y el tamaño de cristales así como su arreglo interno tendrán efecto en la coalescencia parcial debido a su influencia en los glóbulos de aceite (Fredrick y col., 2010).

⊕ Contenido de grasa sólida

Boode y col. (1991) mencionan que para inducir la coalescencia parcial rápida se necesita una red continua de cristales de grasa, teniendo en cuenta lo anterior se puede deducir que la velocidad de coalescencia parcial está fuertemente relacionada con el SFC de la emulsión, un SFC adecuado es requerido para formar una red cristalina continua en todo el glóbulo; por lo tanto las emulsiones no son proclives a la coalescencia parcial debajo de un cierto valor de SFC, en ese caso los cristales son insuficientes para la formación de la red y tampoco pueden sobresalir, incluso si se presenta un acercamiento con otro glóbulo los cristales pueden ser empujados al interior y sucede la coalescencia verdadera. El mínimo SFC necesario para producir una red cristalina que se extiende en todo el glóbulo se puede determinar mediante la aplicación de la teoría fractal de agregación de los cristales, que consiste en definir un diámetro crítico que permita la creación de una red continua. Éste debe ser menor que el diámetro del glóbulo para facilitar la creación de una red de cristales de grasa en todo el glóbulo y está representado por la Ecuación 4.

$$d > y\psi^{1/(D-3)} \quad (4)$$

Dónde:

$d$ = Diámetro del glóbulo

$y$ = Diámetro efectivo de los cristales de agregación

$\psi$ =Fracción de volumen del cristal

$D$ =Dimensionalidad fractal (que es menor a 3).

$\gamma\psi^{1/(D-3)}$ =Diámetro crítico del glóbulo para formar una red continua.

La Ecuación 4 implica que el SFC mínimo necesario depende del tamaño de glóbulo y el tamaño de los cristales formados. El SFC óptimo para que exista la coalescencia parcial está en un intervalo de 10 a 50 %. En general, se puede concluir que el SFC afecta principalmente a la eficiencia de captura mientras que la frecuencia de colisión apenas se ve afectada (Fredrick y col., 2010).

#### ⊕ Arreglo de los cristales

Los cristales contenidos en los glóbulos tienden a moverse a una posición de equilibrio y se ubican en la interfase aceite-agua, ahí son sometidos a tres tensiones interfaciales que determinarán el ángulo de contacto del cristal con la fase acuosa  $\theta_w$  y la fase oleosa  $\theta_o$  (Figura 22). El ángulo de contacto también se ve modificado por la presencia, concentración y tipo de surfactante. Boode y Walstra (1991) clasificaron y discutieron los tipos de glóbulos grasos en términos de la eficiencia de captura (Figura 24). En el caso de los glóbulos tipo L (donde los cristales están situados en los extremos, representados por las zonas negras), la eficiencia de captura está relacionada con el ángulo de contacto (Figura 23), cuando  $\theta_w \gg 90^\circ$ , los cristales tienen mayor contacto con la fase oleosa aunque los bordes pueden sobresalir debido a su tamaño y forma, en estos casos la eficiencia de captura es  $10^{-6}$ , el mismo valor puede aplicarse a  $\theta_w \cong 90^\circ$  cuando los cristales no están predominantemente rodeados por alguna de las fases, en el caso de que  $\theta_w \ll 90^\circ$  los cristales están rodeados por la fase acuosa y están situados fuera de la interfase aceite-agua, aunque es posible que en este último caso exista una unión entre los glóbulos por puente, la posibilidad de que ocurra la coalescencia parcial es mínima (Fredrick y col., 2010).

Si los glóbulos contienen cristales en red, como es el caso de los glóbulos N tipo aguja, la orientación de los cristales en el contorno del glóbulo dependerá de:  $\theta_w$  en el momento que el cristal se oriente a la interfase, el tamaño y forma de los cristales y la disminución del perímetro líquido debida a la cristalización. Además de estos dos tipos de

glóbulos pueden darse combinaciones como el glóbulo M (N2+L). Los glóbulos tipo N son los más susceptibles a la coalescencia parcial, con una alta gama de eficiencias de captura que estarán en función de la cantidad de cristales presentes en la interfase, en el excepcional caso del glóbulo tipo N1 donde hay pocos cristales presentes la eficiencia de captura es de aproximadamente  $10^{-6}$ , el glóbulo tipo N2 donde hay numerosos cristales que pueden sobresalir, la coalescencia parcial será más probable debido al aumento de la eficiencia de captura que es aproximadamente de  $10^{-6} < \alpha < 1$ . En el caso del glóbulo tipo K, donde los cristales son muy grandes para seguir la curvatura del glóbulo,  $\alpha$  se aproximará a 1 y la cercanía entre los glóbulos siempre resultará en coalescencia parcial, este tipo de glóbulos suelen existir donde hay surfactantes de bajo peso molecular. El tipo de glóbulo no sólo depende de las propiedades de la grasa sino también de la temperatura y de la historia térmica (Fredrick y col., 2010).

Los diversos cambios pueden verse mutuamente afectados. La agregación facilita considerablemente el cremado y si ocurre, el cremado incrementa la velocidad de agregación y así sucesivamente. La coalescencia sólo se da si las gotas se aproximan entre sí, en los agregados o en las capas de nata. Cuanto más compacta sea la capa de nata más rápida será la coalescencia. Si se produce la coalescencia parcial de la capa de nata, esta capa adquirirá las características de un tapón sólido. Con frecuencia, es deseable establecer qué tipo de inestabilidad ha tenido lugar en una emulsión. La coalescencia determina la formación de gotas grandes, no de agregados irregulares. Los agregados irregulares, fruto de la coalescencia parcial coalescerán en gotas grandes cuando se calienten lo suficiente para fundir los cristales de triacilglicerol (Fennema, 1982).

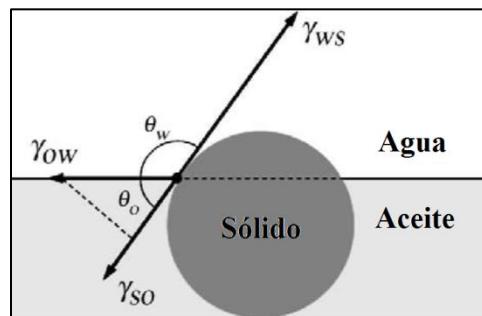


Figura 22. Ángulo de contacto de una partícula sólida esférica en la interfase aceite-agua (Fredrick y col., 2010).



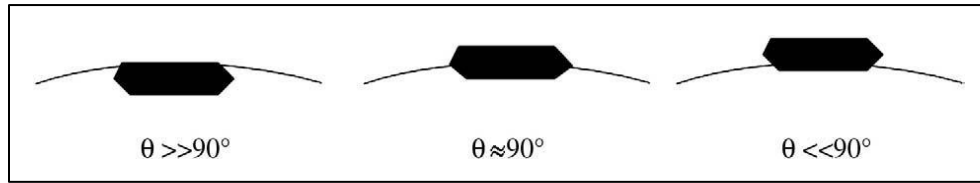


Figura 23. Posibles orientaciones de los cristales en la interfase aceite-agua (Fredrick y col., 2010).

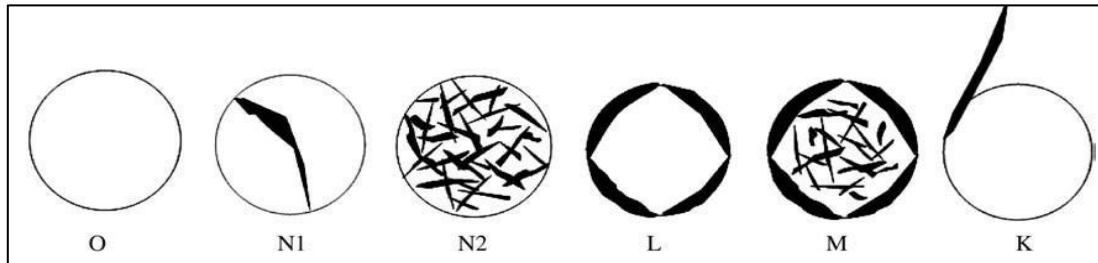


Figura 24. Tipos de glóbulos semicristalinos observados en el microscopio polarizado (Fredrick y col., 2010).

## 1.2 Cremas

Las cremas son emulsiones tipo aceite en agua (o/w) cuya fase lipídica está distribuida en pequeñas gotas rodeadas por una película, a través de la cual limitan con la fase acuosa, en las cremas lácteas esta función es principalmente cumplida por las caseínas y las proteínas del lactosuero (Márquez y Col., 2005a).

La norma oficial mexicana (NOM-243-SSA1-2010) define a la crema como: El producto en el que se ha reunido una fracción determinada de grasa y sólidos no grasos de la leche, ya sea por reposo, por centrifugación o reconstitución, sometida a pasteurización o cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad.

### 1.2.1 Tipos de cremas

La norma oficial mexicana (NOM-243-SSA1-2010) clasifica las cremas de acuerdo al proceso al que son sometidas o de acuerdo con su finalidad.

- ⊕ Pasteurizadas
- ⊕ Ultrapasteurizadas
- ⊕ Esterilizadas
- ⊕ Deshidratadas
- ⊕ Acidificadas

- ⊕ Fermentadas

- ⊕ Batidas y para batir

La norma mexicana (NMX-F-731 COFOCALEC-2009) clasifica las cremas en base a la denominación y al contenido de grasa.

- ⊕ Crema

Producto concentrado de la materia grasa de la leche, obtenido por reposo o por centrifugación, sometido a homogeneización y pasteurización o cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad.

- ⊕ Crema reconstituida

Producto obtenido a partir de la materia grasa de la leche y sólidos lácteos, con o sin adición de agua potable y con las mismas características del producto original, sometido a homogeneización y pasteurización o cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad.

- ⊕ Crema deshidratada o en polvo

Producto obtenido por deshidratación o secado de la crema de leche, cuyo contenido de humedad no debe ser mayor al 5%. Las cremas y las cremas reconstituidas no deben contener grasa vegetal en ninguna proporción, ni otro tipo de grasa animal que no sea la que proviene de la leche.

- ⊕ Crema con grasa vegetal

Producto elaborado a partir de leche, al que se le sustituye parcial o totalmente la grasa butírica por grasa vegetal comestible, en las cantidades necesarias para ajustar el producto a las especificaciones establecidas, sometida a homogeneización y pasteurización o cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad.

La crema y crema reconstituida pueden clasificarse de acuerdo al contenido de grasa butírica.

- ⊕ “La extra grasa” con un contenido de grasa mayor al 35 % y 1.4 % de proteínas propias de la leche.

- ⊕ “La normal” con contenido de grasa mayor o igual a 30 % y 2 % de proteínas propias de la leche

- ⊕ “La media” con un contenido de grasa mayor o igual 20 % y 2.4 % de proteínas propias de la leche.

⊕ “Ligera” con un contenido de grasa mayor o igual al 14 % y 2.5 % de proteínas propias de la leche.

La crema con grasa vegetal también puede ser clasificada de acuerdo al contenido de grasa antes mencionado, exceptuando lo concerniente al contenido de proteína. Cualquiera de las variedades antes mencionadas puede ser cultivada o fermentada (producto cuya acidez proviene únicamente de la presencia de la presencia de cultivos de bacterias lácticas), o acidificada, (producto que se obtiene al agregar agentes acidulantes).

⊕ Crema preparada

Producto elaborado a partir de crema o por la reconstitución de la materia grasa de la leche y sólidos lácteos, con la adición de otros ingredientes (incluida la grasa vegetal), sometida a pasteurización o cualquier otro tratamiento térmico que asegure su inocuidad, así como a tratamientos y procesos adecuados para obtener las propiedades y características deseadas. De acuerdo con sus propiedades y características, las cremas preparadas se denominan, como:

- Crema para pastelería, la que se le ha agregado azúcar y que no debe contener menos de 20 % de grasa de leche.
- Crema para batir, la que no contiene menos de 30 % de grasa de leche.
- Crema extra grasa para batir, la que no contiene menos de 35 % de grasa de leche, emulsivos y espesantes.
- Crema dulce de mantequilla en polvo, la obtenida por deshidratación del concentrado de suero de mantequilla dulce, que no debe contener menos de 7 % de grasa butírica, ni menos de 30 % de proteína, y no más de 4 % de humedad.

El Codex Alimentarius (CODEX STAN 288-1976) clasifica las cremas en función de sus variantes con respecto al producto original.

⊕ La crema

Es el producto lácteo fluido (lo que significa que es capaz de ser vertida en forma líquida a temperaturas superiores al punto de congelamiento) comparativamente rico en grasas, en forma de una emulsión de grasa en leche descremada, que es obtenida por la separación física de la leche.

⊕ La crema reconstituida

Es la crema que se obtiene por reconstitución de los productos lácteos con o sin la adición de agua potable y con las mismas características de producto final que el producto que se describe simplemente como crema.

⊕ La crema re combinada

Es la crema que se obtiene por re combinación de los productos lácteos con o sin adición de agua potable y con las mismas características de producto final que el producto que se describe simplemente como crema.

⊕ Las cremas preparadas

Son los productos lácteos que se obtienen sometiendo a la crema, crema reconstituida y/o crema re combinada a tratamientos y procesos adecuados para obtener las propiedades características que se especifican a continuación:

- La crema líquida preenvasada es el producto lácteo fluido que se obtiene preparando y envasando la crema, crema reconstituida y/o crema re combinada para consumo directo y/o para uso directo como tal.

- La crema para batir es la crema fluida, crema reconstituida y/o re combinada destinada para ser batida. Cuando el propósito de la crema sea para uso del consumidor final, la crema deberá haber sido preparada de manera que facilite el proceso de batido.

- La crema envasada a presión es la crema fluida, crema reconstituida y/o crema re combinada que es envasada con un gas impelente en un envase de presión de propulsión y que se convierta en crema batida cuando se retira el envase.

- La crema batida es la crema fluida, reconstituida y/o re combinada a la cual se incorporó aire o gas inerte sin invertir la emulsión de grasa en leche descremada.

- La crema fermentada es el producto lácteo que se obtiene por fermentación de la crema, crema reconstituida o crema re combinada por la acción de microorganismos adecuados, lo cual resulta en una reducción del pH con o sin coagulación.

- La crema acidificada es el producto lácteo que se obtiene por acidificación de la crema, crema reconstituida y/o crema re combinada por la acción de ácidos y/o reguladores de acidez para obtener una disminución del pH con o sin coagulación.

### **1.2.2 Factores que producen cambios en la consistencia de la crema**

En la producción de cremas, la consistencia es una propiedad significativa, además de la percepción sensorial del consumidor, la grasa emulsionada a menudo también tiene un

papel importante en la aplicación de los platillos o productos a los que quiera destinarse (Riego y col., 1988), durante su elaboración se le confiere propiedades deseables a las cremas, en tanto que en el transporte, almacenamiento y consumo se pueden presentar irregularidades de manejo, como las que se presentan a continuación.

⊕ Agitación o trabajo mecánico

Se ha comprobado la influencia de la agitación o trabajo mecánico en la estabilidad de las cremas, mediante estudios donde las emulsiones se sometieron a ensayos de agitación suave y controlada a baja temperatura, así se concluyó que el trabajo mecánico favorece la colisión de las gotas de aceite y por lo tanto la formación de agregados, los cuales cambian el comportamiento fluido a uno más viscoso (Márquez y col., 2005b).

⊕ La fluctuación térmica

La fluctuación térmica 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 la viscosidad o solidificación en la crema después de un nuevo enfriamiento (Boode y col., 1991).

El mecanismo por el cual estos dos factores producen cambios en la consistencia es la coalescencia parcial.

### 1.3 Temperado

La estabilidad de una emulsión aceite en agua es marcadamente afectada por la aplicación del temperado a una temperatura ( $T_{MAX}$ ) donde sólo queda un poco de grasa sólida. En emulsiones concentradas se puede apreciar la formación de “body” (un cambio de la consistencia), también se logra la gelificación o solidificación de la emulsión. Las emulsiones transformadas ya no fluyen bajo su propio peso como consecuencia de la coalescencia parcial. En las emulsiones menos concentradas, el temperado sólo resulta en una mayor susceptibilidad a la coalescencia parcial, cuando la emulsión se somete a un gradiente de velocidad (Fredrick y col., 2010).

El trabajo de Boode y col. (1991), describe un mecanismo potencial para elucidar la susceptibilidad de las emulsiones aceite en agua a la coalescencia parcial, después de una aplicación de ciclos de temperatura. Los posibles cambios en los glóbulos de grasa se muestran en la Figura 25.

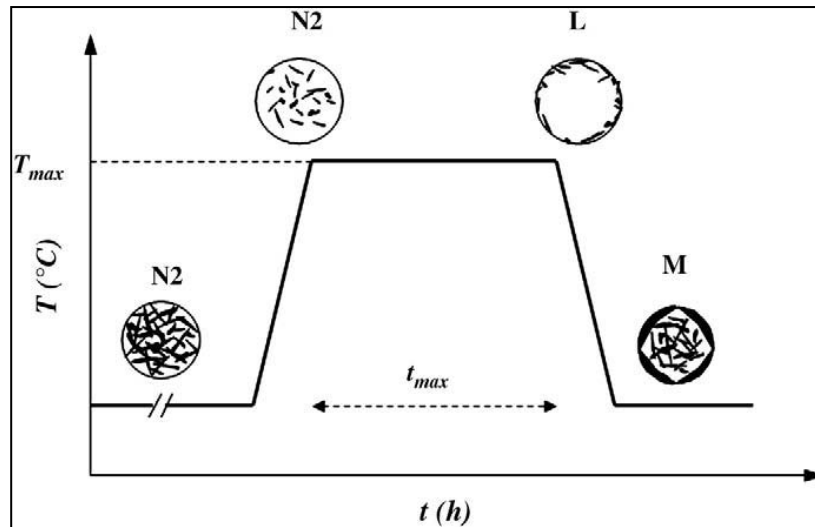


Figura 25. Representación del temperado en emulsiones aceite en agua (Fredrick y col., 2010).

Antes del temperado, a baja temperatura, los cristales de grasa se encuentran atrapados en una red cristalina, y debido a ella no pueden moverse y tampoco situarse en la interfase, tras el calentamiento la grasa se derrite y como resultado algunos cristales desaparecen y otros se vuelven más pequeños lo que termina en la separación de la red cristalina y la migración de los cristales (ahora libres) a la interfase aceite-agua. Lo último sólo ocurre si la  $T_{MAX}$  es mantenida por un tiempo prolongado; durante el reenfriamiento comienza inmediatamente la recristalización de la grasa en el glóbulo (sin necesidad de un subenfriamiento), los cristales restantes sirven como núcleos y como consecuencia el número de cristales no aumenta en gran medida pero si aumenta el tamaño del cristal, los cristales sobresalen del glóbulo ya que comenzaron a crecer en la interfase y eso hace que la emulsión sea susceptible a la coalescencia parcial en reposo o bajo flujo. De lo anterior se puede concluir que la  $T_{MAX}$ , el tiempo que dure la emulsión expuesta a la  $T_{MAX}$  y la posterior velocidad de enfriamiento son fundamentales para aumentar el grado de coalescencia parcial. La  $T_{MAX}$  define el SFC y la cantidad de cristales libres presentes mientras que el tiempo de la  $T_{MAX}$  define la disposición final de los cristales de grasa en el glóbulo antes del reenfriamiento; en cuanto a la velocidad de reenfriamiento, ésta influye en el tamaño de los cristales y la distancia que pueden alcanzar al sobresalir de la interfase y por lo tanto aumentar la velocidad de coalescencia parcial. Se puede concluir que el temperado afecta principalmente a la eficiencia de captura (Fredrick y col., 2010).

En la ciencia láctea el temperado se conoce como un medio eficaz para transformar una crema inicialmente fluida en un producto con consistencia espesa o sólida (conocido como “rebodying”) y en ocasiones es asociado a una disminución de la estabilidad, esta fenomenología también es aplicable a cremas recombinadas, también ha sido observada en batidos lácteos derivados de cremas naturales y con el tiempo su efecto ha sido comprobado en otras emulsiones (Leal-Calderon y col., 2007).

## **1.4 Factores que influyen en la susceptibilidad al temperado**

### **1.4.1 Competencia entre proteínas y emulsificantes de bajo peso molecular**

Gravier y col. (2006) investigaron el aumento de la estabilidad cinética de espumas (basadas en emulsiones de triglicéridos estabilizadas por mezclas de proteínas y surfactantes de bajo peso molecular) debido a la aplicación del temperado, variando la  $T_{MAX}$  (15, 20, 25, 30 y 25) °C, observaron un incremento de los módulos de almacenamiento y pérdida, siendo  $G'$  significativamente más grande que  $G''$  en todas las emulsiones (independientemente de  $T_{MAX}$  aplicada) exhibiendo al producto como un material elástico, sin embargo la magnitud del incremento varió en función de la  $T_{MAX}$  o  $T_m$  (temperatura de mantenimiento), los valores de  $G'$  incrementaron con el aumento de la temperatura hasta que presentaron su punto más alto, a los 25 °C, para después disminuir con el aumento de la temperatura, debido a que el punto de fusión de la fase lipídica oscila entre los 40 °C, y por ende las temperaturas de 30 y 35 °C funden una gran proporción de la fase lipídica y la grasa sólida restante es insuficiente para la recristalización posterior. La elasticidad de las emulsiones aireadas fue asociada a la red de gotas de aceite interconectadas, se consideró al temperado como un fenómeno capaz de transformar un gel suave en uno más rígido.

Thivilliers y col. (2006) describen la misma fenomenología en emulsiones de triglicéridos (grasa de leche anhidra y manteca de cacao) estabilizadas con mezclas de caseinato de sodio y surfactantes, las emulsiones inicialmente fluidas se convirtieron en geles duros por efecto del ciclo de temperatura (después de un largo intervalo de temperado), mostrando un estado metaestable, ya que podían ser almacenados durante varias semanas sin ningún cambio apreciable, lo que apoya la suposición de que los puentes formados por la coalescencia parcial son irreversibles.

La gelificación inducida por un proceso térmico fue estudiada por Golemanov y col. (2006) y Giermanska y col. (2007), en emulsiones aceite en agua, elaboradas a partir de aceites de parafina con alto punto de fusión. Investigaron dos posibles rutas para producir geles en reposo. La primera ruta fue la coalescencia parcial, que induce la formación de una red tridimensional de gotas interconectadas, y se presentó en emulsiones con un diámetro de gota grande (30  $\mu\text{m}$ ). En la segunda ruta la gelificación se produjo sin ruptura de la película interfacial, y fue provocada por una restricción dinámica interna, en la que las gotas están en un estado de inmovilidad debido a la rugosidad de la superficie, este fenómeno es denominado “jamming” (que en inglés significa atascarse o apretujarse), que obstaculiza el flujo, y se presentó mayormente cuando la emulsión tenía un diámetro de gota pequeño (4-7  $\mu\text{m}$ ). Las rutas no son mutuamente excluyentes, por lo tanto pueden presentarse situaciones intermedias en la práctica, debidas principalmente a que la mayoría de las emulsiones no poseen un diámetro de gota homogéneo.

Una explicación alternativa para la disminución de la estabilidad de las emulsiones aceite en agua después del temperado es investigada por Mutoh y col. (2001), quienes sostuvieron que los grandes cristales formados como consecuencia de la aplicación del temperado pueden afectar el comportamiento de conformación y adsorción de las proteínas en la interfase, lo que provoca que los glóbulos puedan agregarse, estos agregados creados son la principal causa de aumento de la solidificación en las emulsiones aceite en agua. Cabe destacar que la coalescencia parcial no es mencionada en esta investigación.

El planteamiento anterior permite inferir que las proteínas y emulsificantes adsorbidos en la interfase se ven afectados, y pueden afectar la cristalización de la grasa. Las proteínas y emulsificantes estabilizan las emulsiones vía repulsión estérica y electrostática (especialmente a aquellas que están en reposo), definen en gran medida la distancia mínima entre dos glóbulos que se aproximan y por lo tanto afectan la eficiencia de captura. En general la velocidad de coalescencia parcial es menor para los glóbulos estabilizados por proteínas que para los estabilizados por surfactantes de bajo peso molecular, debido a que las proteínas exhiben una fuerte repulsión estérica y tienden a formar una densa y viscoelástica membrana. Frecuentemente un incremento de la carga superficial proteínica disminuye la velocidad de coalescencia parcial hasta que un máximo de carga es alcanzado. Esto resulta en una correlación positiva de la carga superficial con la



repulsión coloidal, el espesor y viscoelasticidad de la capa interfacial, resultando en una capa densamente saturada. En la literatura existe el acuerdo de que las emulsiones estabilizadas con caseínas son más estables frente a la coalescencia parcial que aquellas estabilizadas con proteínas de suero (WP) (Fredrick y col., 2010). Sin embargo, los resultados de Pelan y col. (1997) muestran que entre las emulsiones preparadas con proteínas de leche disponibles comercialmente que contenían tanto caseínas como WP, las emulsiones estabilizadas con leche descremada parecen ser más estables, si la concentración de proteínas es suficientemente alta. En una baja proporción proteína/grasa, no hay suficientes proteínas disponibles por unidad de área en la interfase aceite-agua y los agregados pueden ser formados durante la emulsificación. El contacto prolongado entre los glóbulos en estos agregados fomentó la aparición de la coalescencia parcial.

En emulsiones con aceite de almendra de palma estabilizadas por una mezcla de caseínas y WP, Sourdet y Col. (2002) y Relkin y Col. (2003 y 2003) concluyeron la adsorción preferencial de micelas de caseínas sobre WP, y con ello una elevada carga superficial y estabilidad contra la coalescencia parcial. Además del efecto de la composición de la membrana, también observaron diferencias en el comportamiento de cristalización entre las emulsiones que contienen caseínas y las estabilizadas 100 % con suero. Lo anterior puede explicar potencialmente algunos cambios en la velocidad de coalescencia parcial.

El desplazamiento de las proteínas de la interfase aceite-agua afecta la estabilidad general, tal como es resumido por Dickinson (2001), incluyendo la estabilidad contra la coalescencia parcial. Si además se considera a los emulsificantes de bajo peso molecular que generalmente poseen más actividad de superficie que las proteínas ya que pueden recubrir la interfase más eficientemente, la adsorción competitiva entre los emulsificantes de bajo peso molecular (solubles en aceite y solubles en agua) y las proteínas es un factor que supone un cambio en la estabilidad (incluyendo la estabilidad contra la coalescencia parcial). Generalmente, se ha encontrado que las caseínas son desplazadas con mayor facilidad que las WP y los surfactantes solubles en agua son más efectivos en el desplazamiento de proteínas que los surfactantes solubles en aceite. La desorción de la proteína reduce el espesor y la viscoelasticidad y los cambios de las interacciones repulsivas en la membrana. Aparte de su efecto sobre la carga proteínica, los surfactantes

de bajo peso molecular pueden modificar el ángulo de contacto de los cristales de grasa. En este caso, éstos posiblemente pueden mejorar la humectación de los cristales por fase acuosa y como tal incrementar la distancia de protrusión de los cristales y las emulsiones son más propensas a la coalescencia parcial. Además varios surfactantes de bajo peso molecular pueden disolverse parcialmente en el aceite y afectar por lo tanto el comportamiento de cristalización de los glóbulos. Los surfactantes de bajo peso molecular (tipo y concentración) pueden afectar la nucleación, la morfología, la disposición de los cristales en el glóbulo, la red de cristales de grasa y el SFC, y por lo tanto afectar a la estabilidad de las emulsiones contra la coalescencia parcial. De lo anterior se puede deducir que la eficiencia de captura de los glóbulos para la coalescencia parcial puede ser controlada cuando surfactantes de bajo peso molecular son agregados (Fredrick y col., 2010).

Diferentes surfactantes también proveen diferentes efectos en la cristalización de la grasa y en el desplazamiento de proteínas, entre ellos los monoacilgliceroles (MAG) y fosfolípidos (PL).

#### ⊕ Monoacilgliceroles

El desplazamiento de las proteínas de leche por diferentes tipos de MAG es discutido por varios autores. Barfod y col. (1991) mantienen que los MAG insaturados desplazan las proteínas en mayor grado que los saturados, mientras que Davies y col. (2001) mantienen la conclusión inversa. Heertje (1993) postuló que el desplazamiento de las proteínas por los MAG saturados e insaturados es dependiente de la concentración, lo que puede explicar el desacuerdo. Por encima de 0.25 % de MAG saturado es más efectivo y debajo de 0.25 % más proteínas serán desplazadas por los MAG insaturados. Barfod y col (1991) también mantienen que la desorción de las proteínas en la fase acuosa es alta cuando los MAG son capaces de cristalizar. La temperatura a la cual los MAG cristalizan y el desplazamiento de las proteínas ocurre, depende del grado de saturación y la longitud de cadena de los ácidos grasos y de la concentración de los MAG. Junto con la capacidad de adsorción en la interfase aceite-agua, los MAG pueden, por lo tanto, proporcionar desestabilización controlada de emulsiones durante el procesamiento.

Pelan y col. (1997) estudiaron la estabilidad de helados de mantequilla, las emulsiones fueron estabilizadas por leche descremada en polvo en presencia de MAG

saturados e insaturados sometidas a cizallamiento. Ellos sugirieron que los MAG insaturados son más efectivos en la desestabilización de emulsiones que los MAG saturados, especialmente cuando la concentración es mayor. Las emulsiones se hicieron más estables contra la coalescencia parcial, con una concentración de MAG saturado cada vez mayor, aunque la cobertura de proteína disminuyó ligeramente. El efecto estabilizador de los MAG saturados a altas concentraciones es atribuido a la estabilización “pickering” (producida por la adsorción de pequeñas partículas sólidas en la interfase) de los cristales de MAG formados en la interfase aceite-agua.

En estudios más recientes, también se encontró que la adición de monooleína, desestabiliza en mayor proporción que la adición de monoestearina o monopalmitina a una emulsión estabilizada con caseinato de sodio (con 40 % de una mezcla de aceite de cacahuete y triestearina en la fase dispersa). Además parece que la cantidad de triestearina necesaria para inducir la coalescencia parcial disminuyó con el aumento de la concentración de monooleína en las emulsiones. Aunque la monooleína mostró el nivel de desplazamiento más bajo, estas emulsiones eran más susceptibles a la coalescencia parcial debido a su influencia en la morfología de los cristales. Los cristales de grasa formados en las emulsiones que contienen monooleína eran pequeñas esferas espigadas de baja densidad. Estos cristales pueden fácilmente perforar la interfase durante la agitación. En una emulsión en reposo los cristales no son forzados a atravesar la interfase lo cual implica que una emulsión que es estable en reposo puede desestabilizarse fácilmente durante el flujo de cizalla. Las emulsiones que contienen monoestearina permanecieron estables ortocinéticamente desde que se formaron los cristales de triestearina durante la cristalización que pueden no ser suficientemente del tipo aguja para forzarlos en la capa interfacial. Las emulsiones que contienen monopalmitina mostraron menos resistencia contra la coalescencia parcial que las emulsiones que contienen monoestearina. Grandes cristales se forman en emulsiones que contienen monopalmitina en comparación con las emulsiones que contienen monoestearina. Pelan y col. (1997) y Davies y col. (2001) dedujeron que la cantidad de proteína desplazada no es siempre un factor limitante para determinar la velocidad de coalescencia parcial.

Sin embargo, Miura y col. (2002) observaron que los MAG saturados (monopalmitina) desestabilizan emulsiones de aceite de palma (40 % de la fase oleosa

estabilizada por caseinato de sodio) más fácilmente que los MAG insaturados (monooleína) cuando las emulsiones son temperadas repetidamente. La alta susceptibilidad de las emulsiones que contienen monopalmitina es atribuida a la aglomeración de TAG de alto punto de fusión de aceite de palma cerca de la interfase y la separación de TAG de bajo punto de fusión del centro de los glóbulos durante el ciclo de temperatura. Tal reordenamiento de los TAG del aceite de palma no ocurría en las emulsiones que contienen monooleína. Los estudios anteriores muestran que la estabilidad en emulsiones que contienen MAG varía con los tratamientos aplicados.

#### ⊕ Fosfolípidos

Oortwijn y Walstra (1982) y Boode (1992) observaron que después del temperado, no hay solidificación o “rebodying” de la crema producida por la emulsificación de la grasa de la leche en leche descremada, a menos que se añadiese lecitinas de soya a la grasa. Recientemente Miura y col. (2004, 2006) estudiaron el comportamiento de solidificación de la crema reconstituida (40 % de aceite de mantequilla) después del almacenamiento a cero grados centígrados después de la adición de fosfolípidos de soya o de leche bovina. La dispersión de fosfolípidos de leche bovina en la fase oleosa antes de la homogenización estabiliza la crema mientras que los fosfolípidos de soya no. La presencia de fosfolípidos de leche bovina en la fase acuosa antes de la homogenización desestabiliza la emulsión ya que los agregados fosfolípidos-proteínas formados impiden que las moléculas de fosfolípidos formen una capa densamente saturada en la interfase aceite agua. La discrepancia entre los efectos de los fosfolípidos de soya y leche bovina son atribuidos a los diferentes efectos en el comportamiento de cristalización del aceite de mantequilla.

#### ⊕ Otros surfactantes de bajo peso molecular

Mutoh y col. (2007) estudiaron trece emulsificantes solubles en aceite con el fin de retardar el “rebodying” o solidificación de una emulsión de grasa vegetal (40 %) después del temperado. Concluyeron que debido a la adición de esteres de ácido cítrico de monoestearato y esteres de sacarosa de ácido esteárico (de bajo HBL), las emulsiones permanecieron en estado líquido después del temperado. El mejoramiento de la estabilidad de las emulsiones fue atribuido a dos causas diferentes. La incorporación de esteres de ácido cítrico de monoestearato aumenta la repulsión electrostática, mientras que la incorporación de esteres de sacarosa de ácido esteárico (de bajo HBL) cambia el

comportamiento de cristalización presumiblemente por la formación de cristales pequeños, también después del temperado.

#### **1.4.2 Concentración de grasa y proteína**

El cambio en la consistencia por el temperado está en función del contenido y tipo de grasa. Hinrichs y Kessler (1997) mostraron que las emulsiones con una fracción volumétrica de grasa ( $\phi$ ) alta son más susceptibles a la coalescencia parcial que las que poseen una  $\phi$  baja. Las emulsiones con fracción volumétrica alta requirieron velocidades de cizalla inferiores y después de la aplicación del temperado exhibieron una mayor “fuerza de gel”, lo que también fue demostrado con Thivilliers y col (2006).

Marquez y col. (2005c) estudiaron el efecto del contenido de grasa láctea 30 % y 50 % y leche de soya reconstituida 5 % y 10 % en emulsiones sometidas a ciclos de temperatura (4-40-4 y 4-40) °C, antes del temperado todas las emulsiones fueron líquidas, después de éste se observó un marcado aumento de la consistencia, a través de la caracterización viscoelástica se demostró que la emulsión con mayor contenido de grasa láctea también poseía los mayores valores de  $G'$  y  $G''$  (con predominio de  $G''$  sobre  $G'$ ) en todo el intervalo de frecuencias analizados; la emulsión con mayor concentración de leche de soya reconstituida presentó valores similares de  $G'$  y menores de  $G''$  que la emulsión con menor concentración de leche de soya reconstituida, debido a que un aumento de leche de soya reconstituida incrementa la viscosidad lo que dificulta el desplazamiento de las gotas produciéndose un menor número de agregados y por lo tanto, un menor incremento de los parámetros reológicos. Las emulsiones sometidas al ciclo enfriamiento-calentamiento mostraron un contenido de grasa sólida inferior al inicial y por ende, no aumentaron los parámetros reológicos. Concluyeron que cuanto mayor es el porcentaje de grasa sólida en la fase lipídica más se favorece el aumento en los parámetros reológicos en cambio, un aumento de la concentración de sólidos en la leche de soya reconstituida y una disminución del porcentaje de fase lipídica en la emulsión total afecta negativamente el aumento de la consistencia.

Generalmente la velocidad de coalescencia parcial es aproximadamente proporcional a  $\phi^2$ , hablando únicamente en términos de  $\phi$  y tratándose únicamente del aumento de la frecuencia de choque. Para una  $\phi > 0.2$  se espera una velocidad de coalescencia más alta. Por otra parte, para las emulsiones tipo crema un mínimo de  $\phi$  debe

estar presente para que la coalescencia parcial pueda ocurrir tanto en reposo como al aplicar fuerzas mecánicas. En cremas batidas se ha determinado que la fuente de grasa debe proveer suficiente material cristalino a la temperatura de batido (5-10 °C), lo cual implica un alto contenido de triglicéridos saturados. Dichos cristales son esenciales para crear estructura durante el batido (Boode y col., 1991), de aquí que las grasas típicamente utilizadas para la elaboración de cremas batidas y helados incluyen: grasa butírica, aceites de coco o palma, aceites vegetales parcial o totalmente hidrogenados y sus mezclas. Sin importar cuál sea la grasa utilizada, se debe tener en mente el perfil de sólidos grasos con respecto a la temperatura (Figura 26), ya que si la grasa tiene alto punto de fusión, la crema puede resultar demasiado dura a la temperatura de batido (lo cual afecta negativamente la incorporación de aire) y al ser consumida, dejar residuos de grasa no derretida en el paladar (los cuales son muy desagradables (Vega, 2006).

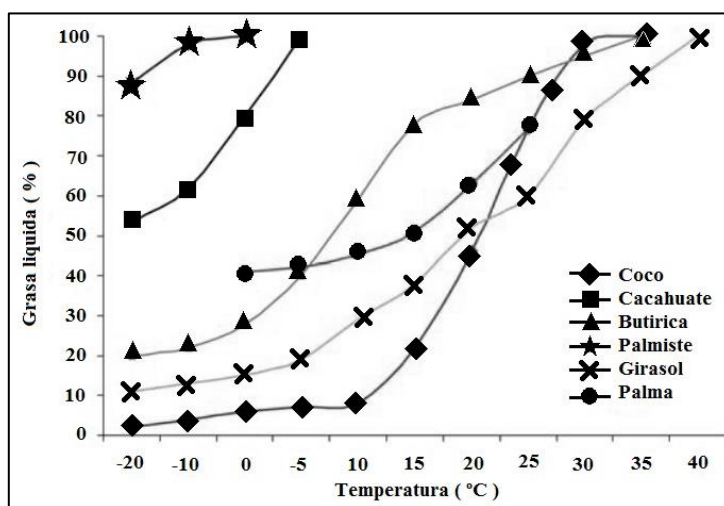


Figura 26. Perfil de ácidos grasos de diversas fuentes de grasa (Vega, 2006).

### 1.4.3 Otros emulsionantes y estabilizantes

Si bien existen diversos estudios sobre el efecto del temperado en emulsiones y espumas, el creciente interés por el uso de nuevos emulsionantes y estabilizantes en la industria de alimentos deja incógnitas sobre la respuesta frente a fenómenos específicos como la coalescencia parcial, así como potenciales interacciones con otros biopolímeros. Tal es el caso de los almidones OSA, cuyas aplicaciones no han sido investigadas por completo.

Tesh y col. (2002) investigaron las propiedades estabilizadoras de almidones OSA en la producción de emulsiones, los experimentos se llevaron a cabo usando dos almidones OSA disponibles comercialmente, que difieren (principalmente) en la viscosidad en solución acuosa, estudiando el contenido de fase dispersa, la concentración de almidón, pH y la influencia de sales disueltas con diferente fuerza iónica. Las mediciones de tensión interfacial demostraron que los almidones OSA son sustancias de superficie activa, su tensión superficial dinámica puede ser comparable a la proteína de suero de leche, como Lacprodan-60. Los almidones OSA son capaces de adsorberse en las interfaces, por lo tanto estabilizar las gotas de aceite contra la coalescencia. Con ambos almidones (Purity Gum 2000, Purity Gum 539-E) se obtuvieron emulsiones estables con un diámetro Sauter de 1  $\mu\text{m}$ , que se encuentra en el rango de resultados obtenidos por SDS. Los resultados obtenidos de emulsificación con almidones OSA fueron independientes del tipo de almidón y de la concentración, por encima del límite inferior del almidón necesario para la estabilización, los resultados de Purity Gum 539-E muestra que este límite puede ser tan bajo hasta un 0.08 % en peso. La viscosidad de una solución acuosa de 0.08 % en peso de Purity Gum 539-E es muy bajo (2.2 m Pa s), por lo tanto el aumento de la viscosidad de la fase continua no es decisivo para la estabilización; también se demostró que los resultados de la emulsificación son independiente del pH y la valencia del ion, por lo que se concluyó que el impedimento estérico es el principal mecanismo de estabilización de los almidones OSA. Por último se consideró a los almidones OSA como posibles sustitutos para las proteínas del suero de leche, en casos donde los el pH sea cercano al valor del punto isoeléctrico de la proteína, ya que la repulsión electrostática no gobierna la estabilización de los almidones OSA.

Dokić y col. (2012) investigaron la influencia del almidón OSA, como emulsificante, en la estabilidad, las propiedades reológicas y de dispersión en emulsiones aceite en agua. Las emulsiones estudiadas variaron en el contenido de aceite de girasol (5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 %) y en la concentración de almidón OSA (8, 10, 12, 14, 16 %). La estabilidad fue estudiada a partir del índice de formación de cremado durante 15 días de almacenamiento. El aumento de la concentración de almidón OSA disminuyó los valores del índice de cremado (atribuido al aumento de la viscosidad de la fase acuosa que realentizó el movimiento de las gotas de aceite) y condujo a la reducción del diámetro

medio de las gotas de la fase dispersa, pero incrementó la viscosidad aparente y el carácter pseudoplastico de las emulsiones. El aumento de la fase dispersa provocó un retraso significativo de la formación de crema por efecto del aumento de la densidad y por lo tanto la compactación de las gotas de aceite. Las emulsiones que contenían 60 % de aceite fueron estables durante los 15 días de almacenamiento, sin formación de cremado independientemente de la concentración de almidón OSA.

Otros estudios han demostrado que los polímeros hidrófobamente modificados tales como los almidones OSA pueden ser espesantes asociativos, debido a las interacciones con otros polímeros y surfactantes en soluciones acuosas, Krstonosic y col. (2011) utilizaron dos tipos diferentes de almidones OSA como surfactantes e investigaron si interactuaban con polímeros con la misma carga. Los resultados indicaron que existían interacciones entre los almidones OSA y la goma xantana.

## **1.5 Métodos para medir el efecto de la temperatura en las cremas**

El fenómeno de la coalescencia parcial en emulsiones inducido por temperado o cizalla, ha sido estudiado por diversos autores, ya sea para evaluar efectos de condiciones de proceso, tipo y concentración de la fase lipídica, tipo de emulsificantes (de bajo peso molecular, proteínas lácteas y competencia entre estos), entre otros fines.

Para estos estudios se han apoyado en diferentes técnicas como son las pruebas reológicas y texturales, tamaño de partícula por dispersión de luz, calorimetría diferencial de barrido, microscopia óptica con luz polarizada o microscopia de escaneo de electrones, resonancia magnética nuclear, estabilidad por transmisión y retrodispersión de luz (Arboleya y col., 2009; Boode y col., 1991; Boode & Walstra, 1993a; Boode & Walstra, 1993b; Davies y col., 2001; Gravier y col., 2006; Giermanska y col., 2007; Huck-Iriart y col., 2011; Márquez y col., 2005; Raymundo y col., 2001; Smith y col., 2000).

### **1.5.1 Pruebas reológicas**

Un material sólido ideal responderá cuando una carga es aplicada con una deformación finita y se recuperara de la deformación después que la carga sea retirada. Esta respuesta se llama elástica, los materiales elásticos ideales obedecen a la ley de Hooke que describe una proporcionalidad directa entre el esfuerzo ( $\sigma$ ) y la deformación ( $\gamma$ ) a través de una constante de proporcionalidad denominada módulo (G),  $\sigma = G\gamma$ . Un fluido ideal se



deformará y continuará deformándose mientras la carga es aplicada. El material no se recuperará de su deformación cuando la carga sea retirada. Esta respuesta se llama viscosa. El flujo de materiales viscosos simples se describe por la ley de Newton, que constituye una proporcionalidad directa entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla ( $\dot{\gamma}$ ),  $\sigma = \eta \dot{\gamma}$ . La constante de proporcionalidad  $\eta$  se conoce como la viscosidad. A partir de las consideraciones de energía, el comportamiento elástico representa la recuperación completa de la energía gastada durante la deformación, mientras que el flujo viscoso representa la pérdida completa de la energía cuando toda la energía suministrada durante la deformación se disipa en forma de calor (Gunasekaran & Ak, 2000).

Los comportamientos viscosos y elásticos ideales presentan dos respuestas extremas de los materiales a esfuerzos externos. Como los términos implican, éstas sólo son aplicables para materiales ideales. Sin embargo los materiales reales muestran una amplia variedad de respuestas entre viscosas y elásticas. Los materiales que muestran simultáneamente comportamientos elásticos y viscosos se denominan viscoelásticos. Casi todos los alimentos, tanto líquidos como sólidos, pertenecen a este grupo. Las propiedades viscoelásticas de los materiales se determinan por métodos transitorios o dinámicos, siendo los últimos los más utilizados (Gunasekaran & Ak, 2000).

Los ensayos dinámicos se realizan aplicando una pequeña deformación (o esfuerzo) sinusoidal y midiendo el esfuerzo (o deformación) resultante. Es importante destacar que las deformaciones (y esfuerzos) utilizados en las éstas pruebas son muy pequeñas, a menudo en el orden de 1 a 3 ó 5 %. Esto es para asegurar que la respuesta del material está en el rango lineal, en el cual el esfuerzo es proporcional a la deformación aplicada. El esfuerzo resultante de un material viscoelástico lineal a una entrada sinusoidal de la deformación es dada por la Ecuación 5.

$$\sigma(t) = \gamma_0 G'(\omega) \sin(\omega t) + \gamma_0 G''(\omega) \cos(\omega t) \quad (5)$$

Las funciones dependientes de la frecuencia  $G'(\omega)$  y  $G''(\omega)$  son el módulo de deformación elástica (de almacenamiento) y el módulo de deformación viscosa (de pérdidas), respectivamente.  $G'$  es una medida de la energía almacenada y posteriormente liberada por ciclo de deformación por unidad de volumen y es la propiedad relacionada con los eventos moleculares de naturaleza elástica.  $G''$  es una medida de la energía disipada en

forma de calor por ciclo de deformación por unidad de volumen y es la propiedad relacionada con los eventos moleculares de naturaleza viscosa. Otra propiedad viscoelástica dinámica comúnmente utilizada es la tangente de pérdidas (Ecuación 6), que denota los efectos relativos de los componentes viscosos y elásticos en un comportamiento viscoelástico (Gunasekaran & Ak, 2000).

$$\tan \delta (\omega) = \frac{G''}{G'} \quad (6)$$

Las pruebas oscilatorias resultan útiles (entre otras razones) debido a que se trata de una técnica no destructiva, las mediciones no incurren en daños estructurales a la muestra, lo que a su vez permite a los investigadores relacionar los parámetros reológicos dinámicos con la estructura molecular de la misma.

#### ⊕ Barrido de esfuerzo

Son ensayos que se realizan a frecuencia y temperatura constantes, donde se miden los módulos dinámicos en función del esfuerzo con la finalidad de encontrar la zona de viscoelasticidad lineal, en la que los módulos sean independientes del esfuerzo, es decir que sean constantes (Figura 27). La zona de viscoelasticidad lineal comprende un intervalo de valores de esfuerzo que varía en función del material.

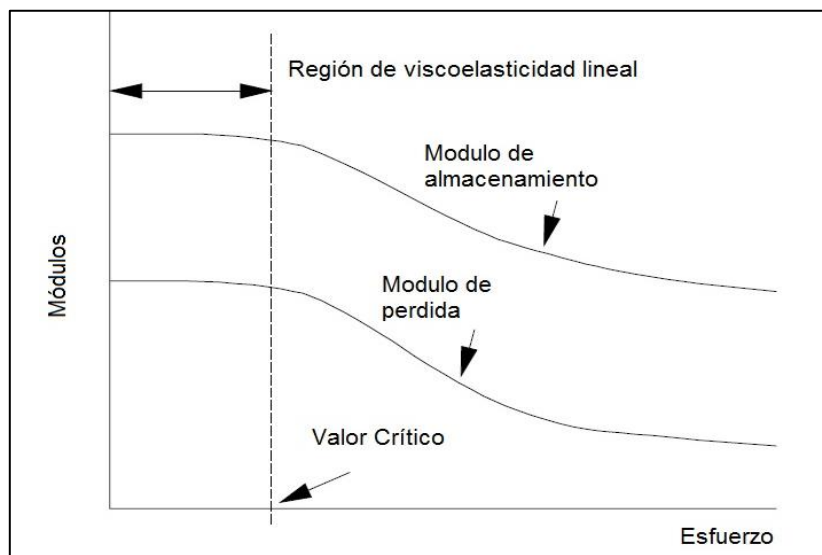


Figura 27. Barrido de esfuerzo mostrando la región viscoelástica lineal (Steffe, 1992)

## ⊕ Barrido de frecuencia

Son ensayos que se realizan a esfuerzo y temperatura constantes, donde se miden los módulos dinámicos en función de la frecuencia, son normalmente empleados para la caracterización de materiales. Los gráficos obtenidos son denominados espectros mecánicos. Ross-Murphy definió comportamientos en los espectros mecánicos que aún se utilizan para diferenciar empíricamente disoluciones macromoleculares (concentradas o diluidas) y geles (débiles o fuertes). Sin embargo, raramente pueden aplicarse los criterios antes descritos para soluciones complejas, es decir que contengan simultáneamente polímeros, proteínas y polisacáridos, entre otros (Picout & Ross-Murphy, 2003).

- En las soluciones macromoleculares diluidas el valor de  $G''$  es mayor que el de  $G'$ , la componente viscosa es la que predomina en el comportamiento y los módulos son dependientes a la frecuencia. Para soluciones diluidas esperamos ver el comportamiento de macromoléculas aisladas.
- En las soluciones macromoleculares concentradas, inicialmente el valor de  $G'$  es mayor que el de  $G''$  pero al aumentar la frecuencia se produce un cruce, siendo  $G'' > G'$ .

A diferencia de las soluciones diluidas, en las soluciones concentradas las interacciones entre polímeros son mucho más importantes que las existentes entre el polímero y el disolvente. Debido a que si hay una fuerte competencia por el agua entre macromoléculas de polímeros cercanas, los polímeros tienden a moverse como una unidad estructural asociada, y a concentraciones más altas se produce una estructura basada en entrelazamientos físicos temporales entre las macromoléculas, que ocupan todo el volumen ocupado por la fase acuosa (Picout & Ross-Murphy, 2003).

- En los geles débiles (también conocidos como fluidos estructurados),  $G'$  es mayor que  $G''$ , los módulos son dependientes de la frecuencia, es decir, su valor cambia conforme aumenta la frecuencia.
- En los geles fuertes los valores de  $G'$  son mayores que los valores de  $G''$  y los módulos son paralelos, además dichos valores se mantienen independientes a la frecuencia por lo que su valor es prácticamente constante.

La diferencia en la respuesta viscoelástica de los geles es atribuida a la microestructura de la matriz. Por ejemplo en el caso de los geles proteínicos, la elasticidad del gel se ve favorecida por las uniones covalentes y no covalentes sin embargo, la contribución es de naturaleza diferente. Mientras que la elasticidad del gel aumenta con el intercambio sulfhidrilo-disulfuro (que a su vez aumenta con el incremento de la concentración de proteínas), las interacciones hidrofóbicas y los puentes hidrógeno mantienen la estructura y la viscosidad del gel (Picout & Ross-Murphy, 2003).

### 1.5.2 Pruebas texturales

Una característica textural de los alimentos muy viscosos o semisólidos, como las cremas son sus propiedades adhesivas. La adhesividad puede definirse como el trabajo necesario para vencer las fuerzas atractivas entre la superficie del alimento y otros materiales con los cuales entra en contacto, de manera que está relacionada con las propiedades de superficie. La adhesividad puede presentarse de diferentes maneras, cuando los productos se quedan pegados a los equipos, a los dedos o partes de la boca, esta característica al igual que la consistencia es deseada en algún grado en las cremas, la magnitud en la que se manifiesta puede ser atribuida a la composición y tratamientos previos. Existen varias formas de calcular este parámetro, una de ellas es la prueba en texturómetros por penetración y retirada, la cual proporciona información de la consistencia y propiedades adhesivas.

#### ⊕ Adhesividad por penetración y retirada

En esta prueba se coloca la muestra en un recipiente y el dispositivo (cono o cilindro) (Figura 28) penetra hasta cierta distancia dentro de la muestra y se retira a una velocidad alta hasta que la distancia de separación sea suficiente para que la muestra se desprenda completamente del dispositivo (Casas, 2012).

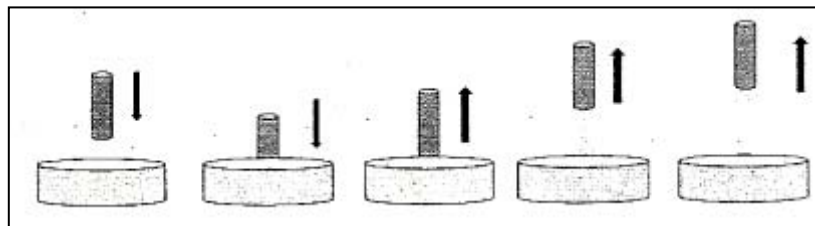


Figura 28. Penetración y retirada del dispositivo (Casas, 2012).

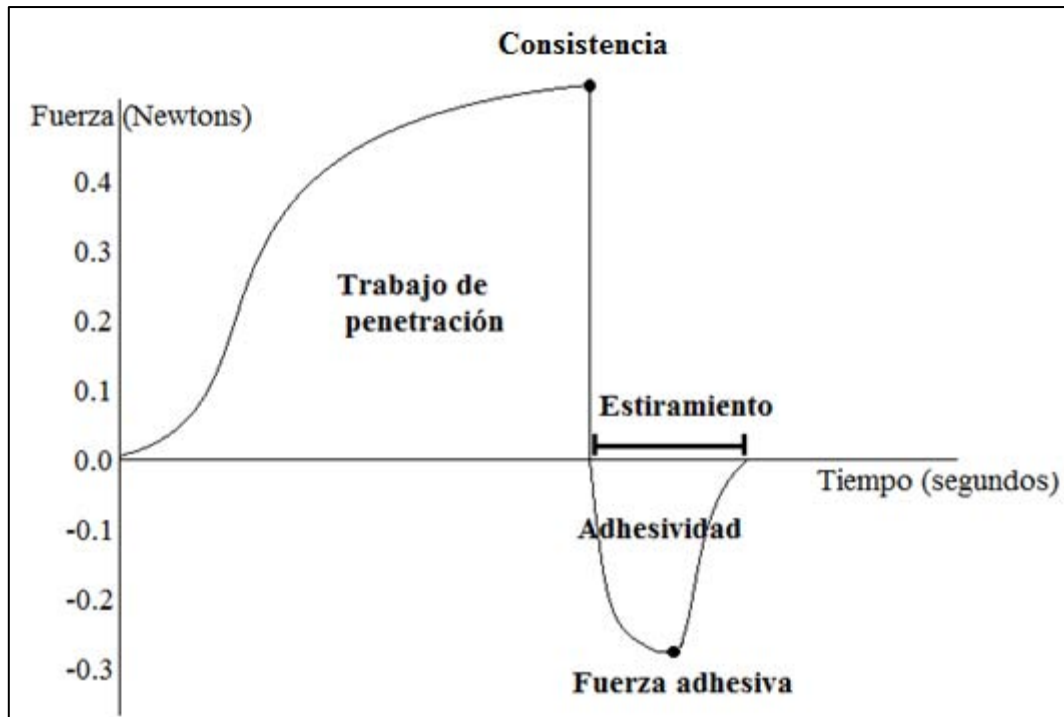


Figura 29. Representación de la curva fuerza (N) en función del tiempo de la prueba por penetración y retirada (Casas, 2012).

Las gráficas (Figura 29) que se obtienen cuantifican la resistencia del material a la penetración y retirada del dispositivo, la parte positiva es donde el cilindro penetra la muestra y la parte negativa es la retirada de éste, donde el material se adhiere al dispositivo manifestando sus propiedades adhesivas, adicionalmente se pueden calcular otros parámetros que se describen a continuación (Casas, 2012):

- Trabajo de penetración: área positiva bajo la curva de penetración.
- Consistencia: fuerza máxima en la penetración.
- Estiramiento: distancia entre el inicio de la curva de retirada y el momento en que la fuerza cae a 0 ó a un valor constante.
- Adhesividad: área negativa bajo la curva de retirada.
- Fuerza adhesiva: fuerza máxima en la retirada.

### 1.5.3 Pruebas físicas

#### ⊕ Distribución del tamaño de partícula

El cambio en la distribución del tamaño de partícula es un indicativo importante de que la coalescencia parcial ha ocurrido en la emulsión e incluso del tipo de coalescencia

parcial. La mayoría de los equipos que proveen información acerca del tamaño de partícula se basan en los fenómenos de dispersión de luz (difracción, refracción y reflexión) (Cilas, 2012). La difracción es un fenómeno característico de las ondas que se basa en la desviación de estas al encontrar un obstáculo o al atravesar una rendija.

La Teoría de Fraunhofer (Figura 30) dice que cuando una partícula es iluminada por una fuente de luz monocromática, se obtiene un patrón de difracción en forma de anillos concéntricos, donde la distancia entre cada uno de los anillos depende del tamaño de la partícula. Cuando hay partículas grandes y pequeñas el patrón de dispersión de luz total, es igual a la suma de los patrones de dispersión individuales de cada partícula. La implementación de una lente convergente permite obtener un patrón de dispersión de luz que no depende de la posición de las partículas en el haz de luz (Figura 31). El patrón de difracción emitido por la solución (o muestra) es interpretado mediante algoritmos para obtener la distribución de tamaño de partícula (Cilas, 2012).

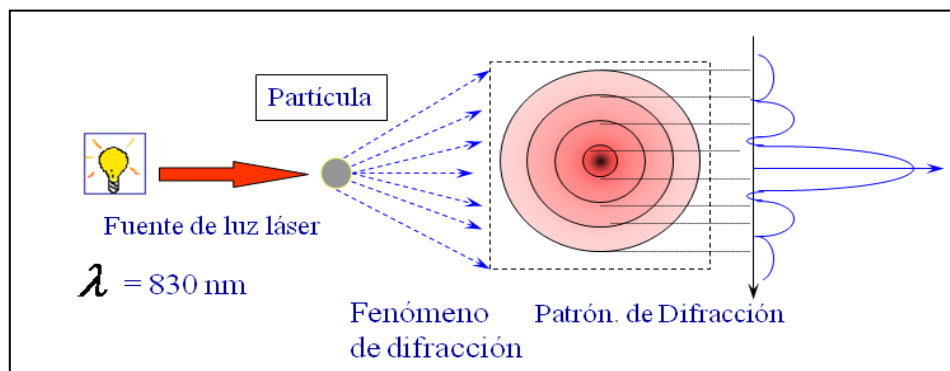


Figura 30. Teoría de Fraunhofer (Cilas, 2012).

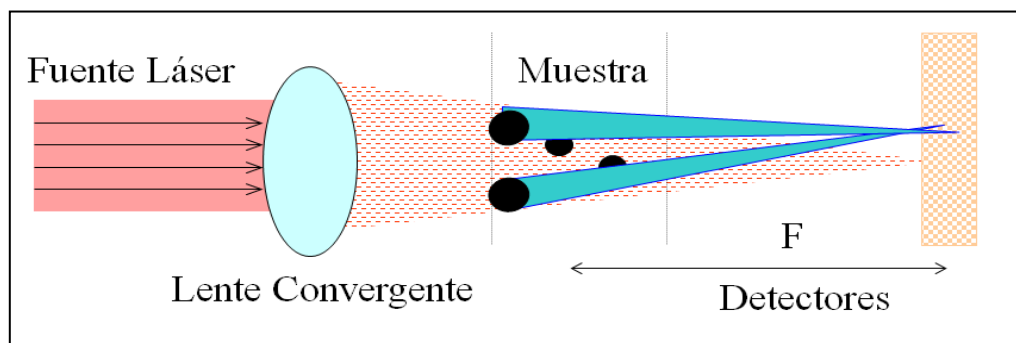


Figura 31. Implementación de una lente convergente (Cilas, 2012).

#### 1.5.4 Pruebas de estabilidad

El término “estabilidad de una emulsión” se refiere a la habilidad de una emulsión para resistir los cambios en sus propiedades con el tiempo. La inestabilidad física resulta en una alteración de la distribución espacial u organización estructural de las moléculas. El cremado, la floculación, la coalescencia, la coalescencia parcial, la inversión de fases y la maduración de Ostwald son ejemplos de inestabilidad física (Huck-Iriart y col., 2011).

##### ⊕ Dispersión óptica de la luz

La estabilidad de emulsiones ha sido estudiada por numerosas técnicas. La mayoría implican alguna forma de dilución, lo que altera algunas estructuras que desempeñan un papel importante en la estabilidad, por esta razón los métodos que permiten estudiar la estabilidad sin necesidad de diluciones pueden aportar datos más verídicos. Entre ellos está la dispersión de luz múltiple, basada en el envío de fotones sobre una muestra desde una fuente de luz infrarroja (de 880 nm de longitud de onda), estos fotones después de haber sido dispersados muchas veces por las partículas o gotas que conforman la muestra, emergen de la muestra y son captados por dos detectores situados en un cabezal óptico a 0° (detector de transmisión) y a 135° (detector de retrodispersión) (Figura 32). El detector de transmisión se emplea principalmente para muestras no opacas o transparentes y el detector de retrodispersión se emplea para muestras opacas. El escaneo se realiza desde la parte inferior a la parte superior de la celda de vidrio, donde la muestra es colocada, con el fin de monitorear las propiedades ópticas a lo largo de la altura de la celda. De esta manera, la evolución física del proceso es seguida sin perturbar el sistema original y con buena precisión y reproducibilidad. Por lo tanto, mediante la repetición del escaneo de una muestra en diferentes intervalos de tiempo, la estabilidad o la inestabilidad de las dispersiones pueden ser estudiadas a detalle. El análisis de las gráficas de transmisión o retrodispersión obtenidas (Figura 33) permiten la deducción del mecanismo de inestabilidad y las cinéticas de: formación de crema, sedimentación o separación de la fase continua (Huck-Iriart y col., 2011; Formulation, 2013).

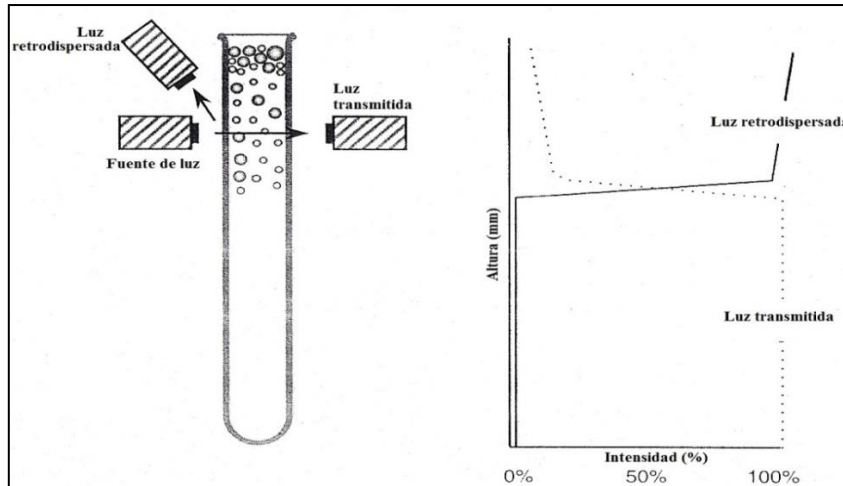


Figura 32. Lecturas de transmisión y retrodispersión (McClements, 1999).

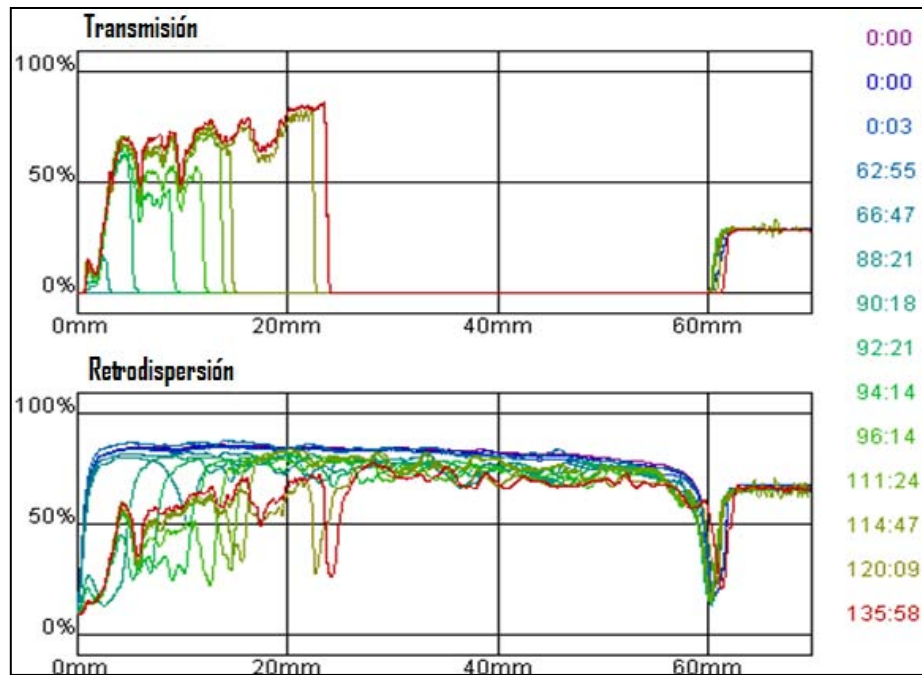


Figura 33. Luz transmitida y retrodispersada en función de la altura de la celda, reporte de datos en bruto.

Una emulsión estable, recién preparada es opaca y al escanearse la celda con la muestra dará un alta retrodispersión y una señal nula de transmisión en toda la altura de la celda en la que se encuentra la muestra.

El fenómeno de cremado se manifestará como un incremento de la retrodispersión de luz en la parte superior del tubo (Figura 34 a), mientras que la separación de la fase



acuosa dará lugar a un incremento en la transmisión de luz en la parte inferior del tubo (Figura 34 b) y disminución de la retrodispersión, si la fase acuosa es transparente; en caso de que sea algo opaca la señal de retrodispersión cambiará.

El análisis cuantitativo de los fenómenos antes descritos puede realizarse a partir de la cinética, que describe los cambios de las curvas en función del tiempo. Se pueden calcular dos tipos de cinéticas.

⊕ Valores medios

Cambio de los valores medios de retrodispersión y transmisión en función del tiempo.

⊕ Espesor absoluto

Cambio del espesor (“tickness”) o altura de fases formadas por clarificación, sedimentación o cremado en función del tiempo.

La cinética obtenida permite encontrar algún modelo matemático que describa el comportamiento experimental.

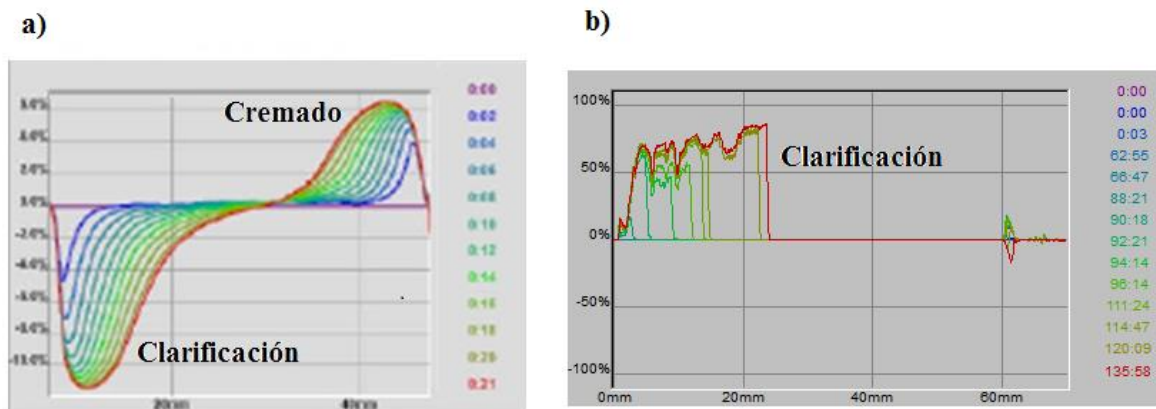


Figura 34. Retrodispersión (a) y transmisión (b), en función de la altura de la celda (en modo de referencia).

## **2 Metodología de la investigación**

### **2.1 Objetivos**

Objetivo general: Evaluar la influencia de la concentración de leche descremada, grasa y almidón lipofílico en las propiedades de cremas vegetales sometidas a temperado, a través de pruebas de estabilidad, reológicas, texturales y físicas.

Objetivo particular 1: Evaluar el efecto de la concentración de leche descremada en la estabilidad, comportamiento reológico, propiedades texturales y físicas de cremas vegetales sometidas a temperado mediante pruebas de dispersión óptica de la luz, cizalla oscilatoria, adhesividad y tamaño de partícula.

Objetivo particular 2: Evaluar el efecto de la concentración de almidón lipofílico en la estabilidad, comportamiento reológico, propiedades texturales y físicas de cremas vegetales sometidas a temperado mediante pruebas de dispersión óptica de la luz, cizalla oscilatoria, adhesividad y tamaño de partícula.

Objetivo particular 3: Evaluar el efecto de la concentración de grasa en la estabilidad, comportamiento reológico, propiedades texturales y físicas de cremas vegetales sometidas a temperado mediante pruebas de dispersión óptica de la luz, cizalla oscilatoria, adhesividad y tamaño de partícula.

Objetivo particular 4: Evaluar el efecto del tipo de grasa en la estabilidad, comportamiento reológico, propiedades texturales y físicas de cremas vegetales sometidas a temperado mediante pruebas de dispersión óptica de la luz, cizalla oscilatoria, adhesividad y tamaño de partícula.

## 2.2 Materiales

Para la preparación de la crema se varió la concentración de los materiales mostrados en el Cuadro 2.

Cuadro 2. Especificaciones de materiales.

Material	Denominación	Empresa	Especificaciones
Aceite vegetal (AV)	Aceite Oléico	Coral Internacional, S.A. de C.V.	Obtenido de una variedad de semilla de cártamo natural, con un alto contenido en ácidos grasos monoinsaturados (Oleico, 2013).
Grasa vegetal (GV)	Manteca Colón 5 P	Industria aceitera S.A. de C.V.	Grasa de palma hidrogenada, contenido de grasa sólida que varía con la temperatura, 42-50 % a 10 °C, 20-25 % a 20 °C, 6-9 % a 30 °C, 3-6 % a 35 °C y 0-2 a 40 °C (Aceitera, 2012).
Almidón lipofílico (AL)	EMCAP 12633 MODIFIED FOOD STARCH	Cargill de México S.A. de C.V.	Elaborado a partir de maíz ceroso, entrecruzado y pregelatinizado. El almidón lipofílico es producido por esterificación, y esta hidrofólicamente modificado con anhídrido octenil succínico que le provee propiedades de superficie activa (Cargill, 2012).
Leche descremada (LD)	Leche descremada	Grupo lamesa, S.A. de C.V.	Es un polvo fino de color crema pálido, libre de aglomeraciones y material extraño de olor y sabor lácteo característico, procedente del secado de leche descremada pura de vaca (Grupo la mesa, 2013).

## 2.3 Preparación de cremas

### 2.3.1 Diagrama de proceso

En la Figura 35 se muestra el diagrama de proceso para la preparación de las cremas.

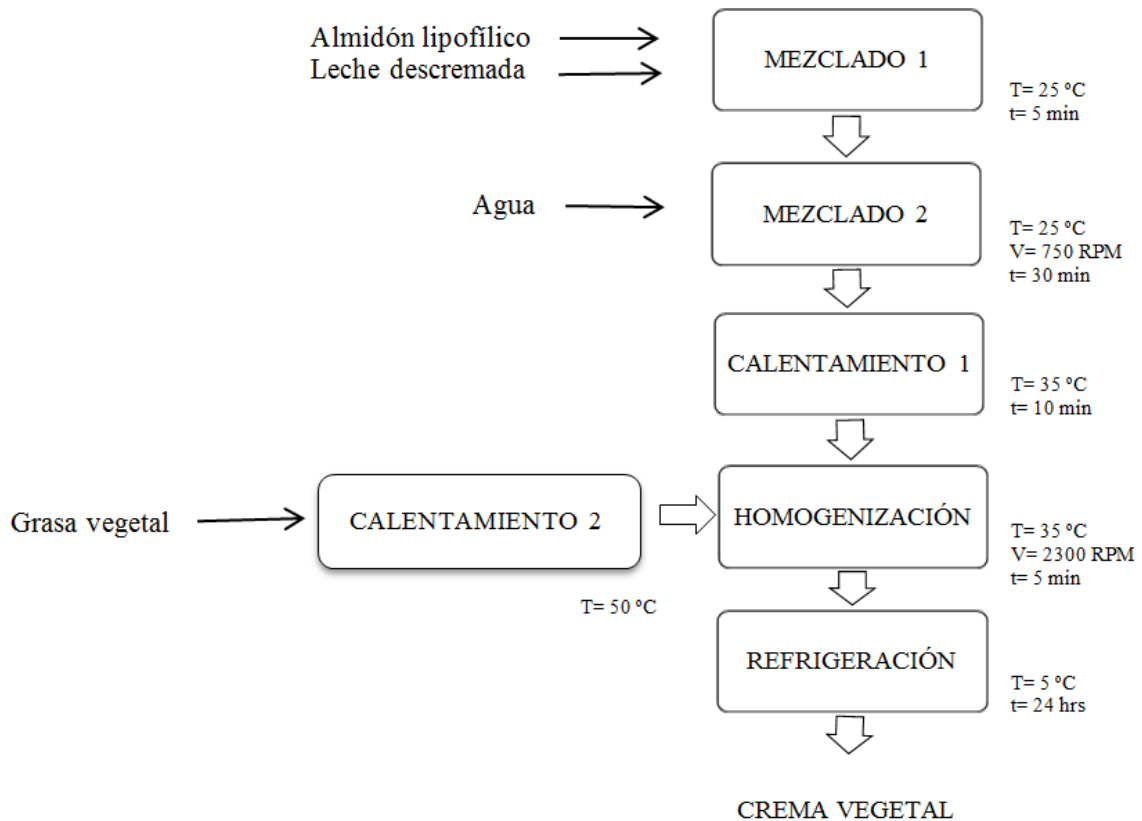


Figura 35. Preparación de cremas vegetales

### 2.3.2 Descripción del proceso

En un vaso de precipitado se mezclaron con una espátula almidón lipofílico y leche descremada en polvo, por 5 minutos a temperatura ambiente; la fase acuosa de la emulsión se preparó en un agitador de propelas marca AJJITEC, modelo RW 20, con una velocidad de agitación de 750 RPM durante 30 minutos; la solución obtenida se calentó a una temperatura de  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 10 minutos, simultáneamente la grasa vegetal fue colocada en un vaso de precipitado y se calentó en una parrilla hasta fundirla y elevarla a  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . La fase acuosa fue colocada en un vaso de precipitado y la grasa fundida fue incorporándose lentamente y homogeneizada con un homogeneizador marca SILVERSON, modelo L4R a

una temperatura de 35 °C, con una velocidad de 2300 RPM por 3 minutos. Una vez formada la crema se refrigeró a una temperatura de 5 °C durante 24 horas en un refrigerador comercial.

### 2.3.3 Formulaciones

Las diferentes emulsiones se prepararon en las proporciones que muestra el Cuadro 3. Con excepción de una formulación, todas las formulaciones se consideran cremas con grasa vegetal o cremas vegetales. Las cremas pueden denominarse como “reconstituidas” según la NMX-F-731 y el CODEX STAN 288-1976, y la mayoría se pueden clasificar como cremas medias o ligeras, según el contenido de grasa (NMX-F-731). En los objetivos se muestra una formulación cuya composición se repite, a la que se le denominó formulación base (20 %GV, 12 %AL y 5 %LD).

Cuadro 3. Composición porcentual de formulaciones de cremas vegetales

Objetivo	Leche descremada (%)	Almidón lipofílico (%)	Grasa vegetal (%)	Aceite vegetal (%)
1	0.0	12.0	20.0	0.0 *
	5.0	12.0	20.0	0.0
	7.5	12.0	20.0	0.0
2	5.0	8.0	20.0	0.0
	5.0	10.0	20.0	0.0
	5.0	12.0	20.0	0.0
3	5.0	12.0	15.0	0.0
	5.0	12.0	20.0	0.0
	5.0	12.0	25.0	0.0
4	5.0	12.0	20.0	0.0
	5.0	12.0	0.0	20.0

\* No considerada crema, al no contener el mínimo de proteína láctea (1.4 %).

### 2.3.4 Temperado

Las cremas líquidas se sometieron al proceso de temperado ejemplificado en la Figura 36.

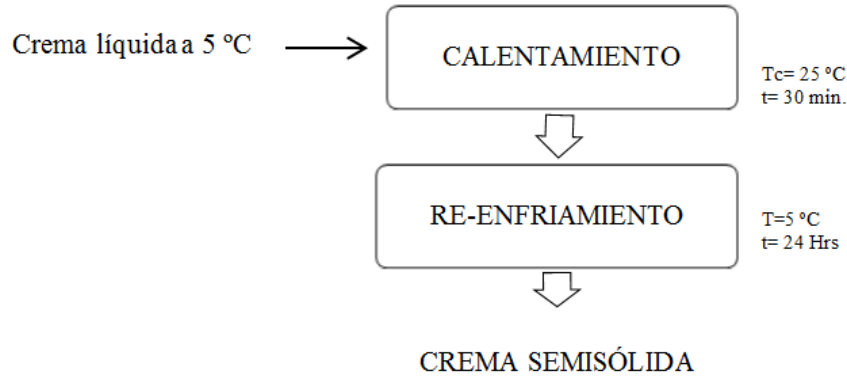


Figura 36. Temperado de cremas vegetales

### 2.3.5 Descripción del temperado

En un vaso de precipitado se colocó un volumen aproximado de 500 g de crema vegetal, el calentamiento se realizó en un baño de la marca Brookfield, modelo EX-200 a una temperatura de 25 °C durante 30 minutos, a continuación la crema se refrigeró a una temperatura de 5 °C durante 24 horas en un refrigerador comercial.

## 2.4 Métodos

### 2.4.1 Barrido de frecuencia y esfuerzo en cizalla oscilatoria

Los dos ensayos reológicos se realizaron en un reómetro MCR 301, Physica, Austria (Figura 37) 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.

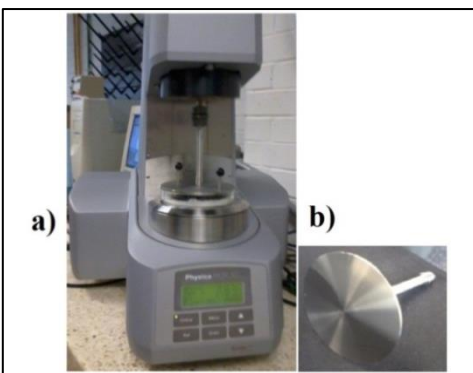


Figura 37. Reómetro (a) y geometría utilizada (b).

⊕ Barrido de esfuerzo

Para la determinación de la zona de viscoelasticidad lineal, donde los módulos no dependen del esfuerzo, se controló el esfuerzo en un intervalo de 0.01-10 Pa, a una temperatura de 7 °C y una frecuencia de 1 Hz.

⊕ Barrido de frecuencia

Para el barrido de frecuencia se controló la frecuencia en un intervalo de 0.05-8 Hz (Márquez, 2005c) y se fijó el esfuerzo determinado en el barrido de esfuerzo; las curvas pertenecientes a los valores  $G'$  y  $G''$ , en función de la frecuencia, fueron ajustadas a una relación potencial (Ecuaciones 7 y 8).

$$G' = a' f^{b'} \quad (7)$$

$$G'' = a'' f^{b''} \quad (8)$$

Dónde:

$a'$  = valor del módulo elástico (Pa) en la frecuencia de 1Hz.

$b'$  = dependencia del módulo elástico a la frecuencia.

$a''$  = valor del módulo viscoso (Pa) en la frecuencia de 1Hz

$b''$  = dependencia del módulo viscoso a la frecuencia.

$f$  =frecuencia.

#### **2.4.2 Adhesividad por penetración y retirada**

Los parámetros texturales se determinaron mediante el empleo de un texturómetro (Figura 38) Texture Analyzer modelo TAX-T2 (Inglaterra), con el software Texture Expert. La muestra a una temperatura de 5 °C, se colocó en cajas Petri (mantenidas a 5 °C) de 5 cm de diámetro y 16 mm de alto, llenándolas al ras. El equipo se programó para operar en modo de medir fuerza en compresión; se utilizó un cilindro de acrílico con un diámetro de 2.54 cm (mantenido a 5 °C), el cual penetró 8 mm de la altura de la caja, con una fuerza de contacto de 5 g a una velocidad de 2 mm/s y se retiró a 10 mm/s, con una distancia suficiente para que se rompiera el hilo de muestra que quedó adherido al dispositivo (40 mm). De la curva fuerza-tiempo (Figura 27, página 51) se calcularon los siguientes parámetros: trabajo de penetración, consistencia, estiramiento, adhesividad y fuerza adhesiva.



Figura 38. Texturómetro.

#### **2.4.3 Distribución de tamaño de partícula**

El tamaño de partícula se determinó mediante el empleo de un analizador de partículas de la marca CILAS, modelo 930 (Francia) con el software Size Expert (Figura 39). Para realizar las mediciones del tamaño de partícula antes del temperado, se diluyó un 1g de crema en 10 ml de solución de dodecil sulfato de sodio al 5 % con la finalidad de determinar el tamaño de gotas individuales y no de los agregados (Figura 40 a), para las mediciones después del temperado la solución de SDS y la muestra se mezclaron a una temperatura de 60 °C, para mantener los agregados formados por la fusión parcial de la grasa (Figura 40 b) y aislarlos de los no formados por fusión (Gravier y col., 2006). Se



colocaron en el equipo 30 gotas de la solución SDS-crema y se procedió a realizar la medida, sin utilizar ultrasonido. La gráfica obtenida, diámetro ( $\mu\text{m}$ ) en función del volumen (%) muestra la distribución del tamaño de partícula (Figura 41).



Figura 39. Granulómetro

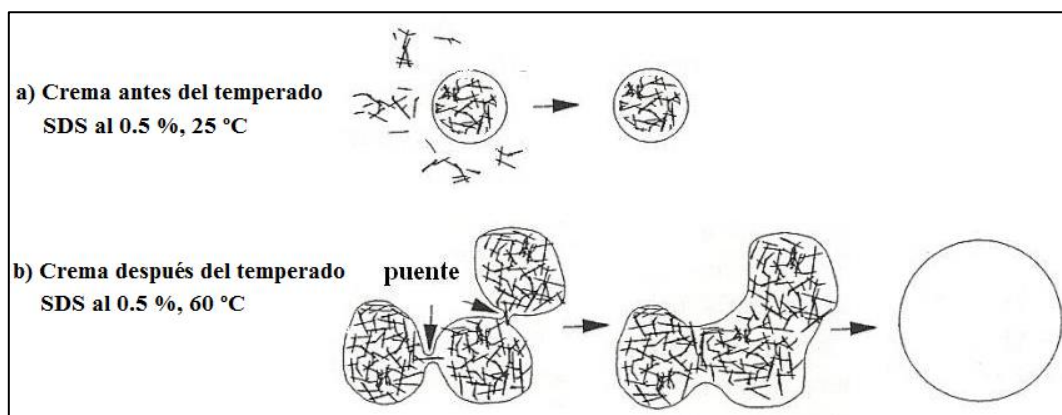


Figura 40. Efecto del SDS en glóbulos de grasa, a) 25 °C y b) 60 °C

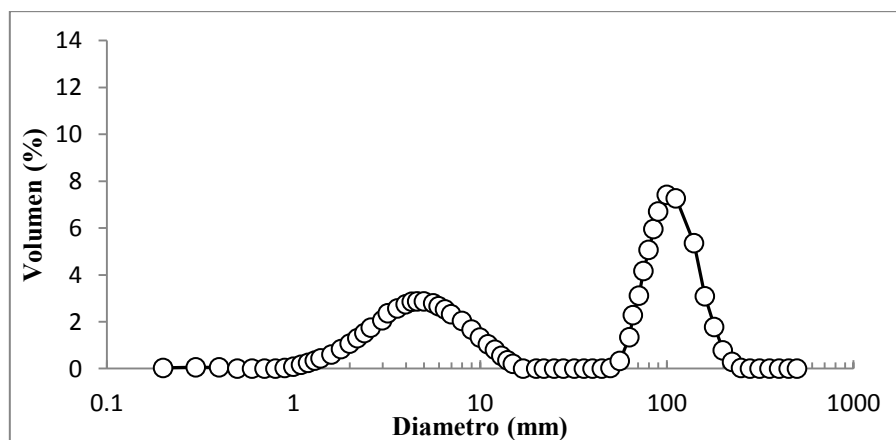


Figura 41. Distribución del tamaño de partícula para emulsiones con 20 % de grasa vegetal y 12 % de almidón lipofílico.

#### 2.4.4 Estabilidad por dispersión óptica de la luz

La estabilidad se determinó mediante el empleo de un analizador óptico vertical de marca Formulacion, modelo Turbiscan MA 2000 (Francia) (Figura 42), que funciona mediante la dispersión de luz múltiple (Formulacion, 2013).

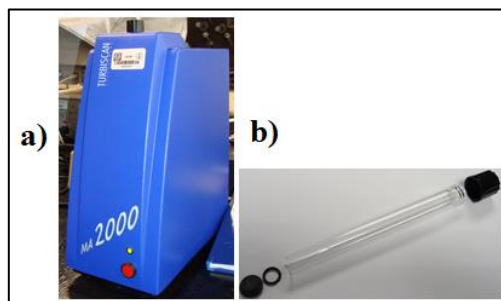


Figura 42. Turbiscan MA 2000 (a) y celda para medición (b).

La muestra se colocó en celdas de vidrio especiales, con una altura aproximada de 6 cm y se escanearon dos veces al día, en periodos que variaron de las dos semanas a los dos meses. Para realizar las mediciones antes del temperado: la crema se colocó en la celda utilizando una pipeta, para las mediciones después del temperado la crema fue succionada con la celda y una propipeta (debido al incremento de la consistencia); las muestras deben tener una temperatura de 25 °C. Las gráficas obtenidas muestran el porcentaje de luz transmitida o retrodispersada en función de la longitud de la celda (cabe mencionar que el equipo fue programado para no mostrar la interferencia que provocaba el tapón). Para el tratamiento de los resultados las gráficas se convirtieron a “la referencia cero” (Figura 43), a partir de estas gráficas se selecciona el intervalo de altura de la celda donde tiene lugar el fenómeno de interés y el máximo porcentaje de luz transmitida o retrodispersada (que se dividió a la mitad). Mediante el software (TurbiSoft, versión 1.2.1), en la zona delimitada se obtienen la cinética de espesor absoluto (incremento de la altura o espesor de la fase separada en función del tiempo). Los pares de datos ordenados se exportaron al programa Curve Expert (versión 1.3 para windows), y la gráfica obtenida se ajustó al modelo sigmoidal (Figura 44) descrito por la Ecuación 9 para obtener las constantes  $h_{max}$ ,  $t_{1/2}$ , indicadores importantes para la comparación del grado de desestabilización de las cremas vegetales (Raharitsifa y col., 2006). Las cinéticas mostradas en los resultados fueron calculadas a partir de las constantes obtenidas de los datos experimentales.

Un incremento de la  $h_{max}$  y/o una disminución del  $t_{1/2}$ , implican una mayor desestabilización de la muestra; las muestras más estables son aquellas en las que los escaneos a diferentes tiempos se superponen y las que muestran con menor grado de desestabilización son aquellas cuyos valores de  $h_{max}$  sean bajos y los  $t_{1/2}$  muy altos.

$$h = \frac{h_{max} t^m}{t_{1/2}^m + t^m} \quad (9)$$

Dónde:

$h$  = La altura o espesor (milímetros)

$h_{max}$  = La altura o espesor máximo (milímetros)

$t$  = Tiempo (minutos)

$m$  = Grado de forma sigmoïdal de la curva.

$t_{1/2}$  = Tiempo requerido para drenar la mitad de la altura o espesor máximo (minutos).

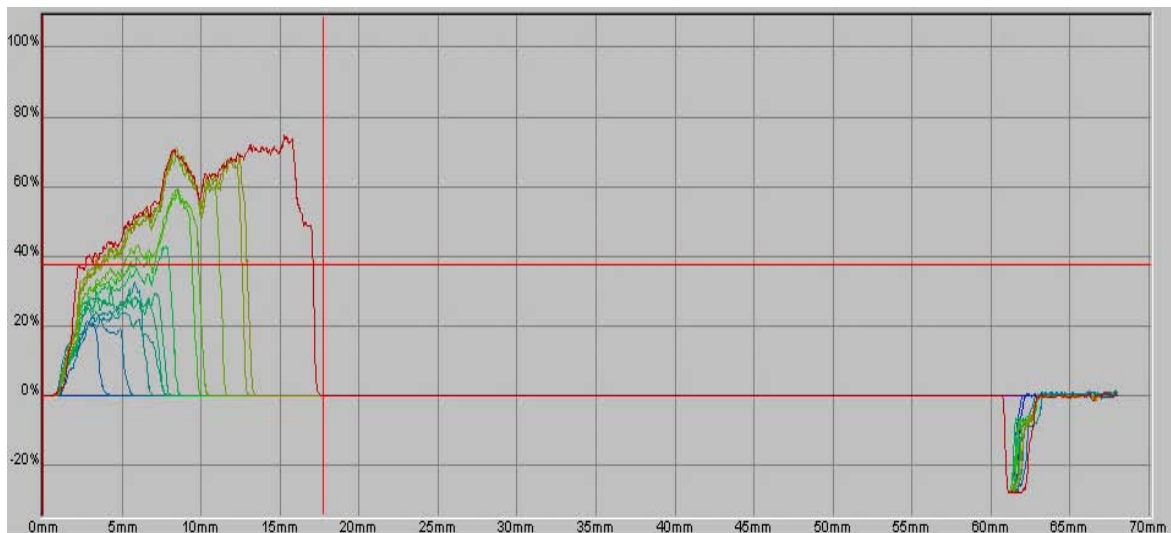


Figura 43. Transmisión con referencia cero.

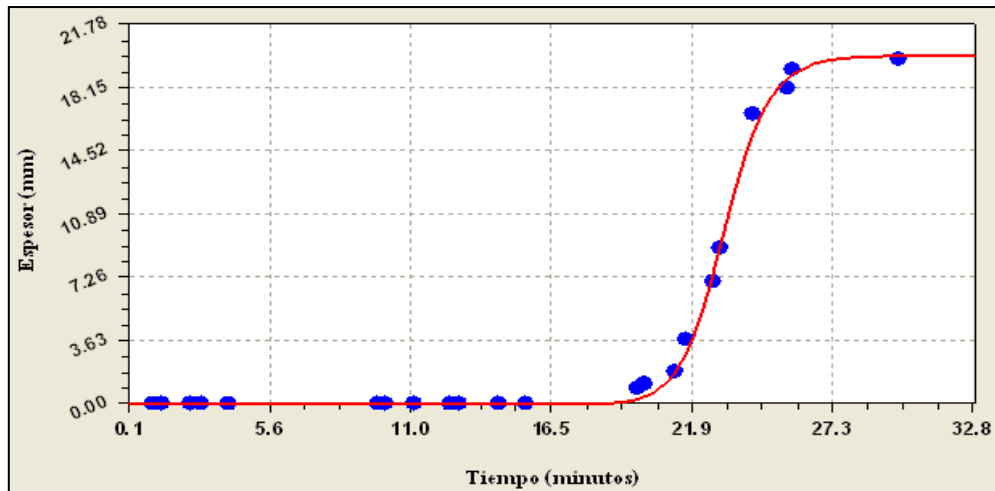


Figura 44. Espesor en función del tiempo.

### 2.4.5 Análisis estadístico

Las pruebas descritas anteriormente se realizaron por duplicado, se determinó en el software MINITAB 16 para Windows: promedio, desviación estándar, coeficiente de variación y un análisis factorial con la prueba de Tukey (considerando la posible interacción del temperado y la concentración), con excepción de la distribución del tamaño de partícula, para comprobar si existían diferencias significativas por efecto de los factores de estudio.

### 3 Resultados

#### 3.1 Barrido de frecuencia en cizalla oscilatoria

##### 3.1.1 Efecto de la concentración de leche descremada

Los ensayos reológicos antes del temperado mostraron un aumento de los módulos dinámicos en función del incremento de la concentración de leche descremada; después del temperado la concentración baja de LD mostró los módulos más altos; a excepción de la crema sin LD antes del temperado,  $G'$  predominó sobre  $G''$  (Figura 45). En el Cuadro 4 se muestran los valores obtenidos al ajustar  $G'$  y  $G''$ , en función de la frecuencia, a una regresión potencial, para las cremas con diferente concentración de LD temperadas y sin temperar. Se apreció que  $a'$  y  $a''$ , que representan el valor de los módulos elástico y viscoso a una frecuencia de 1 Hz, se incrementaron tanto por efecto del contenido de LD como por el temperado, sin embargo, el efecto del temperado fue menor con 7.5 %LD. Lo que está de acuerdo con Márquez y col. (2005), quienes concluyeron que un aumento de la concentración de leche de soya reconstituida dificulta el desplazamiento de las gotas de aceite, produciéndose un menor número de agregados y por lo tanto un menor incremento de los parámetros reológicos. Estos parámetros dan una idea global de la consistencia de la crema. En general  $b'$  y  $b''$ , que indican que tanto dependen de la frecuencia los módulos  $G'$  y  $G''$ , parecen disminuir por efecto del incremento de la concentración de LD así como por efecto del temperado, indicando una menor dependencia de la frecuencia.

El análisis estadístico (Cuadro 5) confirmó que el temperado tuvo efecto significativo en todos los parámetros, con mayores valores de  $a'$  y  $a''$  en las cremas temperadas y menor dependencia de los dos módulos con la frecuencia. La concentración de LD también tuvo efecto significativo en  $a'$  y  $a''$  y  $b''$ , siendo las tres concentraciones estadísticamente diferentes, con mayores valores de  $a'$  y  $a''$  en las cremas con 5 %LD y la menor dependencia con la frecuencia del módulo viscoso.

El incremento de sólidos lácteos no grasos en el intervalo de 0-5 % produce un aumento importante de los módulos dinámicos de la crema y si ésta además se somete a temperado, el incremento es todavía mayor, debido a que el temperado puede inducir a la formación de una red tridimensional de gotas interconectadas, vía coalescencia parcial (Boode y col., 1991). También puede observarse (Cuadro 4) que el mayor porcentaje de

incremento de  $a'$  y  $a''$  (97.9 y 85.9 % respectivamente) y la mayor disminución de  $b'$  y  $b''$  (66 y 48.9 % respectivamente) por efecto del temperado se tuvieron sin la presencia de LD (Figura 44).

Las formulaciones más concentradas temperadas (5 y 7.5 %LD) presentan un comportamiento similar al de geles débiles, pero su estructura no está asociada con lo establecido por Ross-Muphy (Picout & Ross-Murphy, 2003), en este caso el gel es generado cuando dos glóbulos con materia cristalina se aproximan, un cristal sobresale y al penetrar en la interfase de otro glóbulo forma un puente, se forman tantos puentes como cristales sobresalgan creando una arreglo tridimensional (Fredrick y col., 2010).

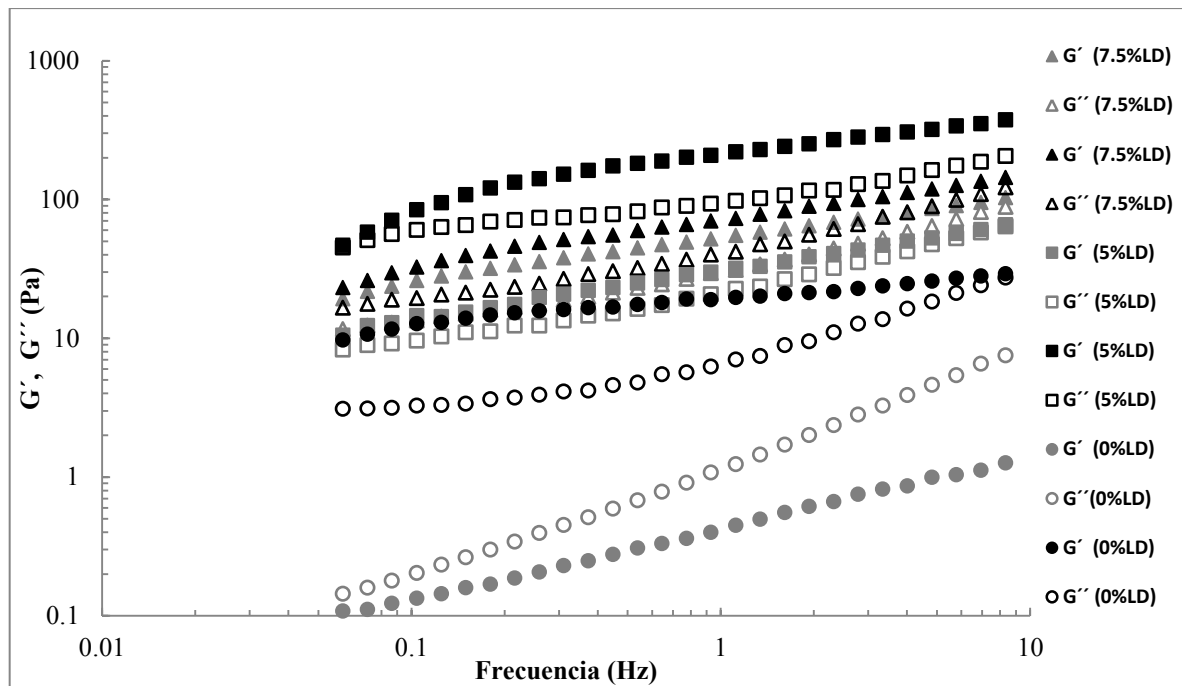


Figura 45. Efecto de la concentración de la leche descremada en  $G'$  (símbolos llenos) y  $G''$  (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales sin temperar (símbolos grises) y temperadas (símbolos negros).

Cuadro 4. Efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Concentración de leche descremada (%)	Proceso	$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
0	Sin temperar	0.43	0.53	1.20	0.82
	Temperada	19.98	0.18	8.53	0.42
5	Sin temperar	32.47	0.36	24.22	0.41
	Temperada	170.14	0.37	92.45	0.29
7.5	Sin temperar	54.37	0.32	32.83	0.41
	Temperada	67.02	0.34	42.14	0.41

Cuadro 5. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Tratamiento		$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
Proceso	Sin temperar	29.1 <sup>b</sup>	0.41 <sup>a</sup>	19.4 <sup>b</sup>	0.55 <sup>a</sup>
	Temperada	85.7 <sup>a</sup>	0.30 <sup>b</sup>	47.7 <sup>a</sup>	0.38 <sup>b</sup>
Concentración de leche descremada (%)	0	10.2 <sup>c</sup>	0.36 <sup>a</sup>	4.9 <sup>c</sup>	0.62 <sup>a</sup>
	5	101.3 <sup>a</sup>	0.37 <sup>a</sup>	58.3 <sup>a</sup>	0.35 <sup>c</sup>
	7.5	60.7 <sup>b</sup>	0.33 <sup>a</sup>	37.5 <sup>b</sup>	0.41 <sup>b</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice para cada tratamiento son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

### 3.1.2 Efecto de la concentración de almidón lipofílico

Los ensayos reológicos antes del temperado mostraron un aumento de los módulos dinámicos en función del incremento de la concentración de AL; después del temperado la concentración intermedia de AL mostró los módulos más altos; a excepción de la crema con 8 %AL antes del temperado,  $G'$  predominó sobre  $G''$  (Figura 46). Puede apreciarse (Cuadro 6) que  $a'$  y  $a''$  se incrementaron tanto por efecto del contenido de AL como por el temperado, sin embargo, el efecto del temperado fue menor para la mayor concentración de AL. En general  $b'$  y  $b''$  disminuyeron por efecto del incremento de la concentración de AL así como por efecto del temperado, indicando una menor dependencia de la frecuencia.

El análisis estadístico (Cuadro 7) confirmó que el temperado tuvo efecto significativo en todos los parámetros, con mayores valores de  $a'$  y  $a''$  en las cremas

temperadas y menor dependencia del módulo viscoso y elástico con la frecuencia. La concentración de AL también tuvo efecto significativo en  $a'$  y  $a''$  y  $b'$ , los mayores valores de  $a'$  y  $a''$  los mostró la concentración intermedia de AL, la concentración mayor y menor de AL fueron estadísticamente iguales; la dependencia del módulo elástico fue menor para la crema con 10 %AL.

Puede observarse (Cuadro 6) que el mayor porcentaje de incremento de  $a'$  y  $a''$  (98 y 94 % respectivamente) y la mayor disminución de  $b'$  y  $b''$  (71 y 79 % respectivamente) por efecto del temperado se obtuvieron en la crema con la menor concentración de AL.

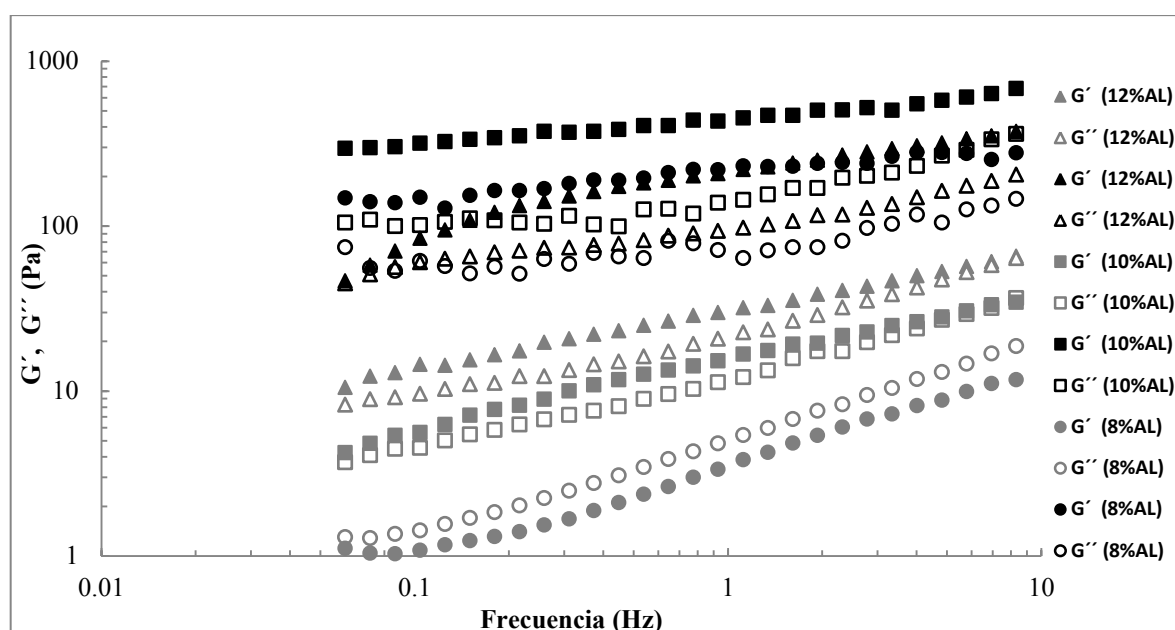


Figura 46. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en  $G'$  (símbolos llenos) y  $G''$  (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales sin temperar (símbolos grises) y temperadas (símbolos negros).



Cuadro 6. Efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Concentración de almidón lipofílico (%)	Proceso	$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
8	Sin temperar	3.84	0.54	5.21	0.57
	Temperada	212.2	0.15	80.37	0.18
10	Sin temperar	15.2	0.41	12.52	0.46
	Temperada	453.6	0.19	171.98	0.28
12	Sin temperar	32.47	0.36	24.22	0.41
	Temperada	170.14	0.37	92.45	0.29

Cuadro 7. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Tratamiento		$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
Proceso	Sin temperar	17.2 <sup>b</sup>	0.43 <sup>a</sup>	14 <sup>b</sup>	0.48 <sup>a</sup>
	Temperada	277.9 <sup>a</sup>	0.23 <sup>b</sup>	114.3 <sup>a</sup>	0.24 <sup>b</sup>
Concentración de almidón lipofílico (%)	8	106.9 <sup>b</sup>	0.33 <sup>ab</sup>	41.9 <sup>b</sup>	0.36 <sup>a</sup>
	10	234.4 <sup>a</sup>	0.30 <sup>b</sup>	92.3 <sup>a</sup>	0.37 <sup>a</sup>
	12	101.3 <sup>b</sup>	0.37 <sup>a</sup>	58.3 <sup>b</sup>	0.35 <sup>a</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice para cada tratamiento son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

### 3.1.3 Efecto de la concentración de grasa vegetal

Los ensayos reológicos antes del temperado mostraron un aumento de los módulos dinámicos en función del incremento de la concentración de GV; después del temperado la crema con 20 %GV tiene valores menores de los módulos que la menor y mayor concentración de GV; a excepción de la crema con 15 %GV antes del temperado,  $G'$  predominó sobre  $G''$  (Figura 47). Puede apreciarse (Cuadro 8) que  $a'$  y  $a''$  se incrementaron tanto por efecto del contenido de GV como por el temperado, el mayor incremento lo presentó la crema con 25 %GV, lo que está de acuerdo con el trabajo de Márquez y col. (2005), quienes concluyeron que cuanto mayor es el porcentaje de grasa sólida en la fase lipídica más se favorece el aumento de los parámetros reológicos. En general  $b'$  y  $b''$  disminuyeron por efecto del incremento de la concentración de GV así como por efecto del temperado, indicando una menor dependencia de la frecuencia.

El análisis estadístico (Cuadro 9) confirma que el temperado tuvo efecto significativo en todos los parámetros, con mayores valores de  $a'$  y  $a''$  en las cremas temperadas y menor dependencia del módulo viscoso y elástico con la frecuencia. La concentración de GV también tuvo efecto significativo, la crema con la mayor concentración de GV mostró los mayores valores de  $a'$  y  $a''$  y la menor dependencia de los módulos viscoso y elástico a la frecuencia, las cremas con 15 y 20 %GV fueron estadísticamente iguales en todos los parámetros.

También puede observarse (Cuadro 8) que el mayor porcentaje de incremento de  $a'$  y  $a''$  (97 y 95 % respectivamente) y la mayor disminución de  $b'$  y  $b''$  (50 y 80 % respectivamente) por efecto del temperado se tuvieron en la crema con la mayor concentración de GV.

La formulación temperada con 25 %GV presentó un comportamiento que se asemeja a un gel fuerte, su estructura es la más favorecida por la unión de glóbulos vía coalescencia parcial, lo que está de acuerdo con Hinrichs y Kessler (1997) y Thivilliers y col (2006) quienes mostraron que las emulsiones con una fracción volumétrica de grasa ( $\phi$ ) alta son más susceptibles a la coalescencia parcial que las que poseen una  $\phi$  baja, además de exhibir una mayor “fuerza de gel” después del temperado Thivilliers y col (2006).

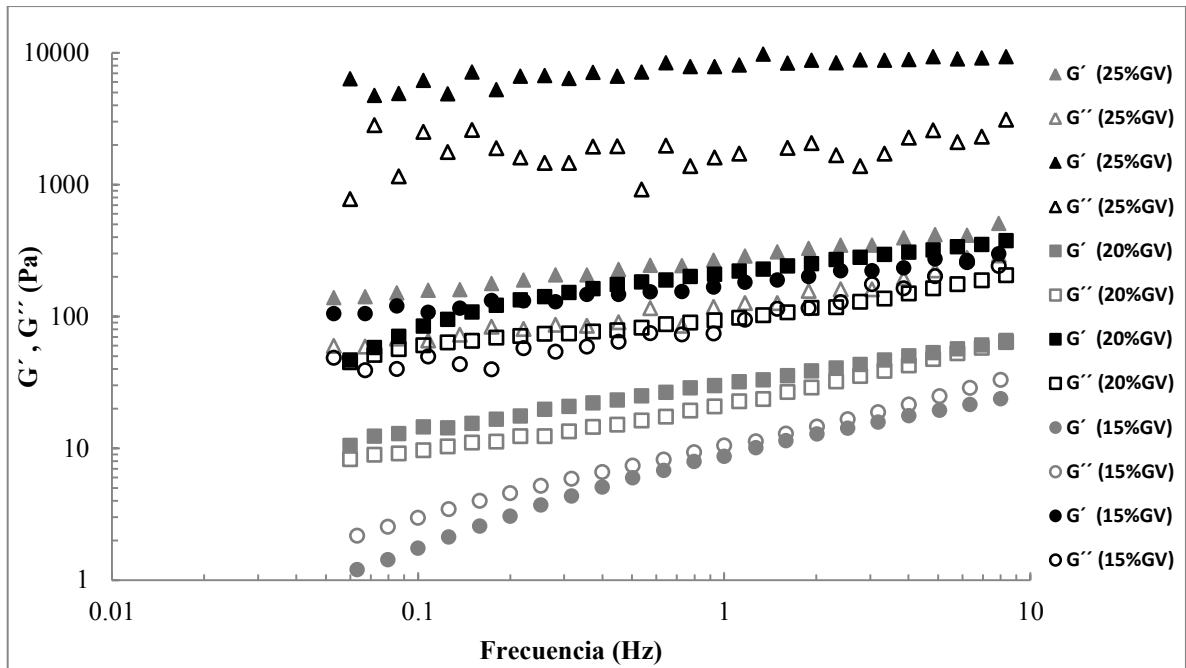


Figura 47. Efecto de la concentración de grasa vegetal en  $G'$  (símbolos llenos) y  $G''$  (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales temperadas (símbolos negros) y sin temperar (símbolos grises).

Cuadro 8. Efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Concentración de grasa vegetal (%)	Proceso	$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
15	Sin temperar	8.35	0.51	9.50	0.54
	Temperada	240.66	0.16	114.71	0.30
20	Sin temperar	32.47	0.36	24.22	0.41
	Temperada	170.14	0.37	92.45	0.29
25	Sin temperar	252.94	0.25	122.00	0.31
	Temperada	9085.45	0.13	2574.30	0.06

Cuadro 9. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Tratamiento		$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
Proceso	Sin temperar	97.9 <sup>b</sup>	0.37 <sup>a</sup>	51.9 <sup>b</sup>	0.42 <sup>a</sup>
	Temperada	3165.4 <sup>a</sup>	0.22 <sup>b</sup>	927.2 <sup>a</sup>	0.22 <sup>b</sup>
Concentración de grasa vegetal (%)	15	124.5 <sup>b</sup>	0.33 <sup>a</sup>	62.1 <sup>b</sup>	0.42 <sup>a</sup>
	20	101.3 <sup>b</sup>	0.37 <sup>a</sup>	58.3 <sup>b</sup>	0.35 <sup>a</sup>
	25	4669.2 <sup>a</sup>	0.19 <sup>b</sup>	1348.2 <sup>a</sup>	0.19 <sup>b</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice para cada tratamiento son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

### 3.1.4 Efecto del tipo de grasa vegetal

Los ensayos reológicos antes y después del temperado mostraron una disminución de los módulos al sustituir la grasa vegetal por aceite vegetal; la crema con aceite vegetal antes y después del temperado, presentó un cambio en el predominio de los módulos;  $G'$  predominó sobre  $G''$  a frecuencias menores a 1 Hz, a frecuencias mayores  $G''$  predominó sobre  $G'$  (Figura 48). Puede apreciarse (Cuadro 10) que  $a'$  y  $a''$  se incrementaron por efecto del temperado, pero este efecto fue mínimo en la crema con AV; y que la dependencia con la frecuencia de los módulos elástico y viscoso disminuyó pero únicamente en la crema con GV (formulación base).

El análisis estadístico (Cuadro 11) confirmó que el temperado tuvo efecto significativo en  $a'$  y  $a''$  y  $b''$ , con mayores valores de  $a'$  y  $a''$  en las cremas temperadas y menor dependencia del módulo viscoso con la frecuencia. El tipo de grasa también tuvo efecto significativo en todos los parámetros, con mayores valores de  $a'$  y  $a''$  en las cremas con grasa vegetal y menor dependencia de los dos módulos a la frecuencia. El efecto del temperado fue insignificante para las cremas con AV y muy notorio para las cremas con GV.

El tipo de grasa a emplear fue determinante en el aumento de los parámetros reológicos, debido a que el temperado sólo puede inducir la coalescencia parcial a través de la recristalización de la grasa sólida presente en la fase lipídica, si la emulsión no contiene grasa sólida este proceso no puede llevarse a cabo, como es el caso de la formulación con AV, donde el AV permanece 100 % líquido en todo el intervalo de temperaturas utilizadas.

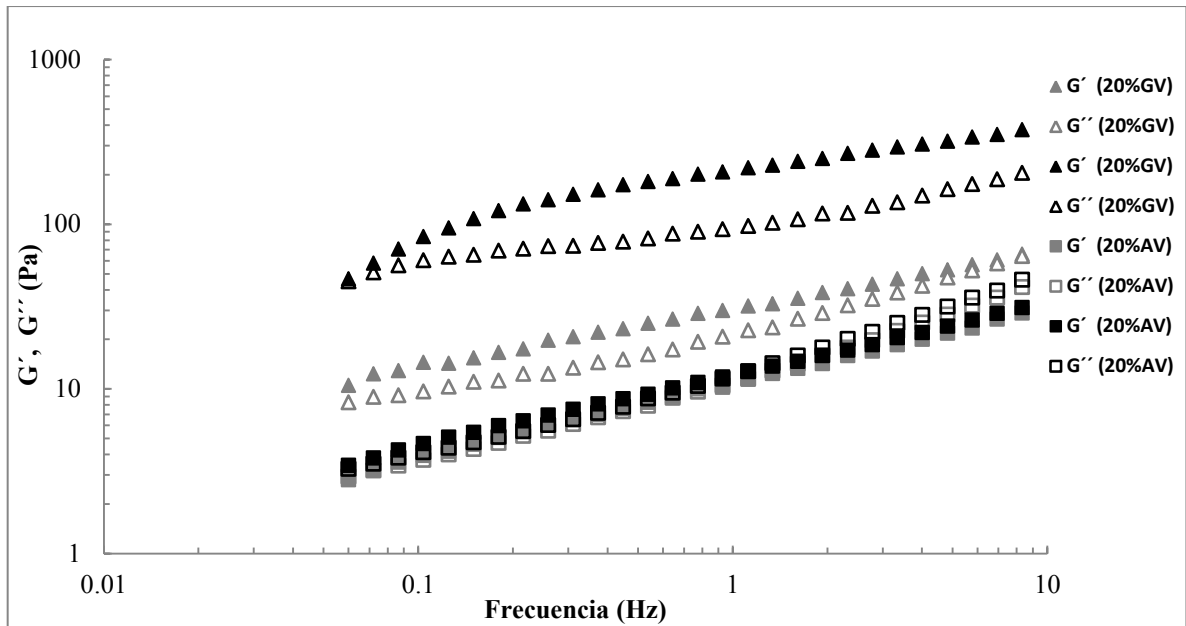


Figura 48. Efecto del tipo de grasa en  $G'$  (símbolos llenos) y  $G''$  (símbolos vacíos) en función de la frecuencia de cremas vegetales temperadas (símbolos negros) y sin temperar (símbolos grises).

Cuadro 10. Efecto de la concentración del tipo de grasa y el temperado en los valores promedio de los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Tipo de grasa vegetal	Proceso	$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
Aceite	Sin temperar	10.56	0.46	11.72	0.53
	Temperada	11.72	0.46	13.36	0.53
Grasa	Sin temperar	32.47	0.36	24.22	0.41
	Temperada	170.14	0.37	92.45	0.29

Cuadro 11. Resultados del análisis estadístico para el efecto del tipo de grasa y el temperado en los parámetros obtenidos de la relación potencial de  $G'$  y  $G''$  en función de la frecuencia.

Tratamiento		$G'$		$G''$	
		$a'$ (Pa)	$b'$	$a''$ (Pa)	$b''$
Proceso	Sin temperar	21.5 <sup>b</sup>	0.41 <sup>a</sup>	18 <sup>b</sup>	0.47 <sup>a</sup>
	Temperada	90.9 <sup>a</sup>	0.42 <sup>a</sup>	52.9 <sup>a</sup>	0.41 <sup>b</sup>
Tipo de grasa	Grasa	101.3 <sup>a</sup>	0.37 <sup>b</sup>	58.3 <sup>a</sup>	0.35 <sup>b</sup>
	Aceite	11.1 <sup>b</sup>	0.46 <sup>a</sup>	12.5 <sup>b</sup>	0.53 <sup>a</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

## 3.2 Adhesividad por penetración y retirada

### 3.2.1 Efecto de la concentración de leche descremada

Antes del temperado las tres formulaciones presentaron curvas de adhesividad de forma similar, solamente con una concentración de 7.5 %LD se notó una mayor adhesividad (Figura 49 y Cuadro 12) después del temperado (Figura 50 y Cuadro 12) se observó un notorio incremento de la consistencia y propiedades adhesivas, en especial en la formulación con 5 %LD, lo cual está de acuerdo con lo observado en las pruebas de cizalla oscilatoria.

El análisis estadístico (Cuadro 13) mostró que el temperado si generó diferencias significativas en las propiedades adhesivas y la consistencia de las emulsiones, siendo las formulaciones temperadas las que exhibieron mayores valores. La concentración de LD influye en todos los parámetros texturales, con excepción de la adhesividad, las tres concentraciones fueron estadísticamente diferentes, en general las cremas con 5 %LD presentaron los mayores valores.

La formulación que no posee leche descremada antes y después del temperado presentó valores cercanos a cero en adhesividad (Figuras 49 y 50), por lo que se puede deducir que la leche descremada proporciona características adhesivas a las cremas.

Cuadro 12. Efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales.

Concentración de leche descremada (%)	Proceso	Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
0	Sin temperar	0.18	0.08	4.15	0.02	0.004
	Temperada	0.22	0.08	3.95	0.02	0.005
5	Sin temperar	0.27	0.11	7.15	0.03	0.008
	Temperada	0.96	0.36	17.38	0.19	0.19
7.5	Sin temperar	0.20	0.09	13.26	0.06	0.04
	Temperada	0.32	0.16	17.89	0.11	0.13

Cuadro 13. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los parámetros texturales.

Tratamiento		Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
Proceso	Sin temperar	0.22 <sup>b</sup>	0.09 <sup>b</sup>	8.19 <sup>b</sup>	0.04 <sup>b</sup>	0.02 <sup>b</sup>
	Temperada	0.50 <sup>a</sup>	0.20 <sup>a</sup>	13.07 <sup>a</sup>	0.11 <sup>a</sup>	0.11 <sup>a</sup>
Concentración de leche descremada (%)	0	0.20 <sup>c</sup>	0.08 <sup>c</sup>	4.05 <sup>c</sup>	0.02 <sup>c</sup>	0.004 <sup>b</sup>
	5	0.61 <sup>a</sup>	0.23 <sup>a</sup>	12.26 <sup>b</sup>	0.11 <sup>a</sup>	0.10 <sup>a</sup>
	7.5	0.26 <sup>b</sup>	0.12 <sup>b</sup>	15.57 <sup>a</sup>	0.09 <sup>b</sup>	0.08 <sup>a</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$

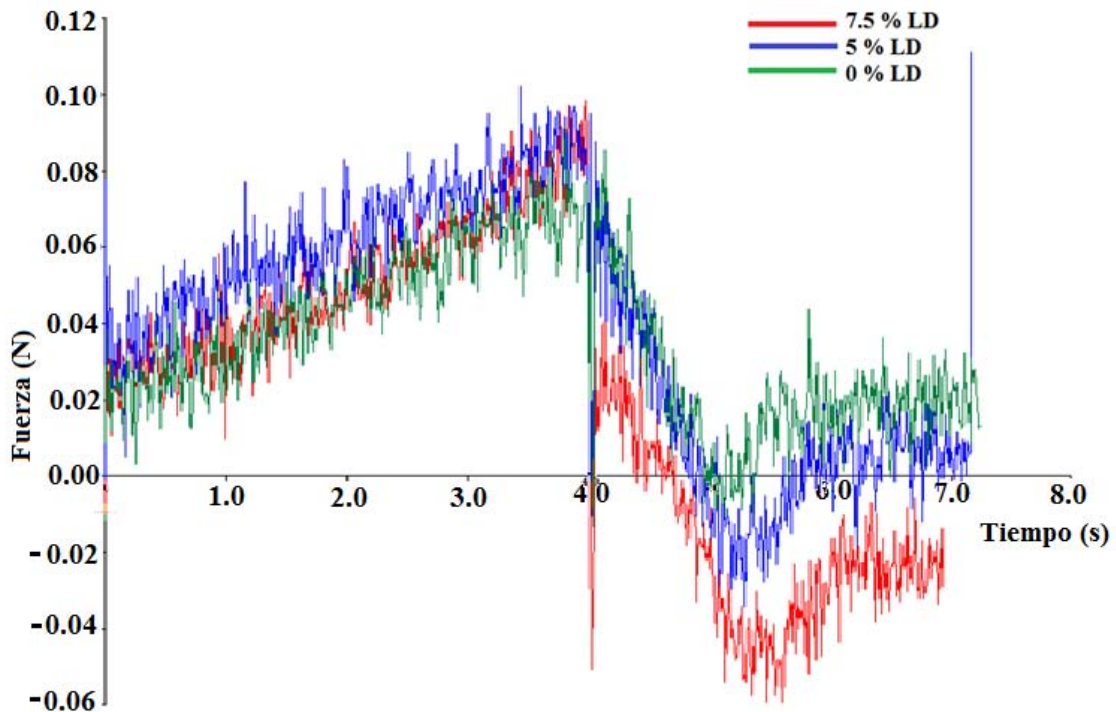


Figura 49. Efecto de la concentración de la leche descremada de parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado.

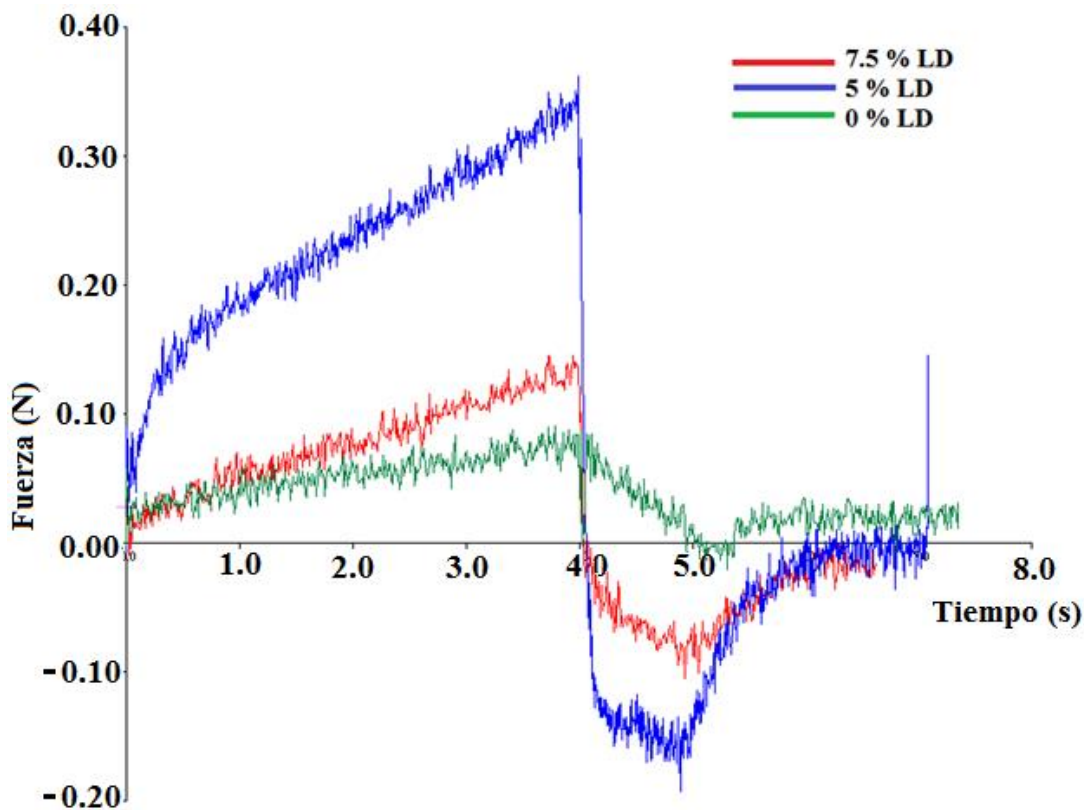


Figura 50. Efecto de la concentración de la leche descremada de parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado.

### 3.2.2 Efecto de la concentración de almidón lipofílico

Antes del temperado las tres formulaciones presentaron curvas de adhesividad de forma similar, con ligeros incrementos en el trabajo de penetración al aumentar la concentración de AL (Figura 51 y Cuadro 14) después del temperado (Figura 52 y Cuadro 14) se observa un notorio incremento de la consistencia y propiedades adhesivas, en especial en la formulación con 12 %AL.

El análisis estadístico (Cuadro 15) mostró que el temperado si generó diferencias significativas en las propiedades adhesivas y la consistencia de las emulsiones, siendo las formulaciones temperadas las que exhibieron mayores valores. La concentración de AL influyó en todos los parámetros texturales, el trabajo de penetración, la consistencia y la fuerza adhesiva fueron estadísticamente diferentes para las tres concentraciones, donde las cremas con 12 %AL presentaron los mayores valores, mientras que el mayor estiramiento lo presentó la concentración intermedia de AL y la adhesividad fue igual para la cremas con 10 y 12 %AL.



Cuadro 14. Efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales.

Concentración de almidón lipofílico (%)	Proceso	Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
8	Sin temperar	0.15	0.08	7.43	0.05	0.01
	Temperada	0.21	0.10	19.92	0.09	0.09
10	Sin temperar	0.23	0.10	9.60	0.04	0.02
	Temperada	0.32	0.14	19.53	0.14	0.19
12	Sin temperar	0.27	0.11	7.15	0.03	0.008
	Temperada	0.96	0.36	17.38	0.19	0.19

Cuadro 15. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los parámetros texturales.

Tratamiento		Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
Proceso	Sin temperar	0.22 <sup>b</sup>	0.10 <sup>b</sup>	8.06 <sup>b</sup>	0.04 <sup>b</sup>	0.01 <sup>b</sup>
	Temperada	0.50 <sup>a</sup>	0.20 <sup>a</sup>	18.94 <sup>a</sup>	0.14 <sup>a</sup>	0.15 <sup>a</sup>
Concentración de almidón lipofílico (%)	8	0.18 <sup>c</sup>	0.09 <sup>c</sup>	13.67 <sup>ab</sup>	0.07 <sup>c</sup>	0.05 <sup>b</sup>
	10	0.27 <sup>b</sup>	0.12 <sup>b</sup>	14.56 <sup>a</sup>	0.09 <sup>b</sup>	0.10 <sup>a</sup>
	12	0.61 <sup>a</sup>	0.23 <sup>a</sup>	12.26 <sup>b</sup>	0.11 <sup>a</sup>	0.10 <sup>a</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.5$ .

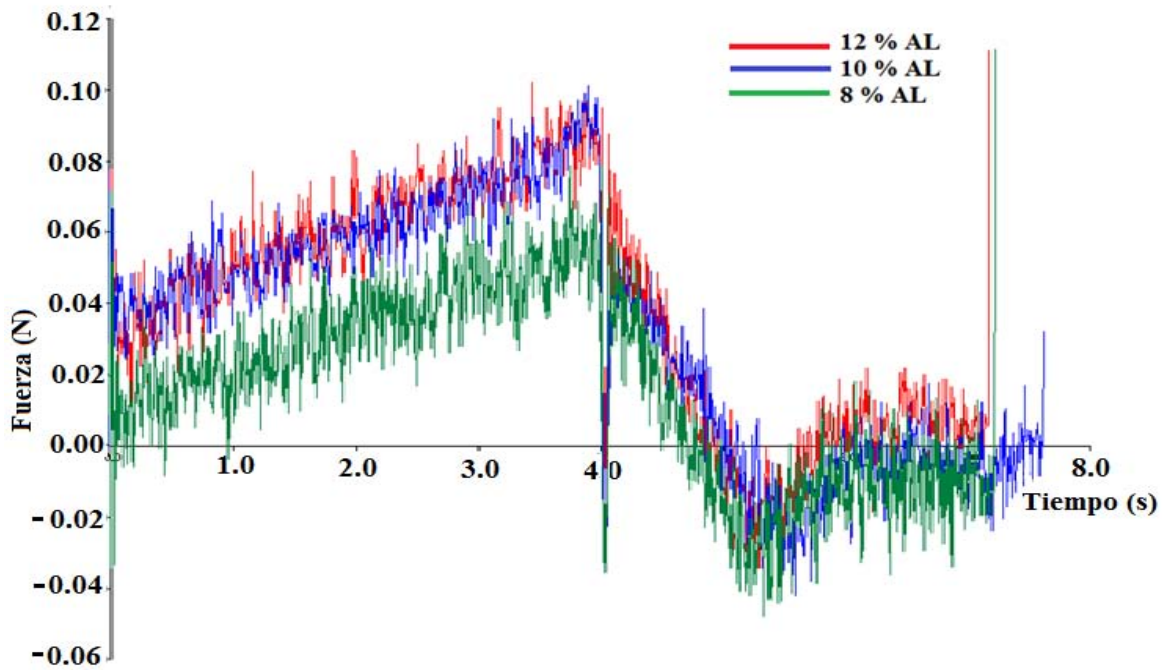


Figura 51. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado.

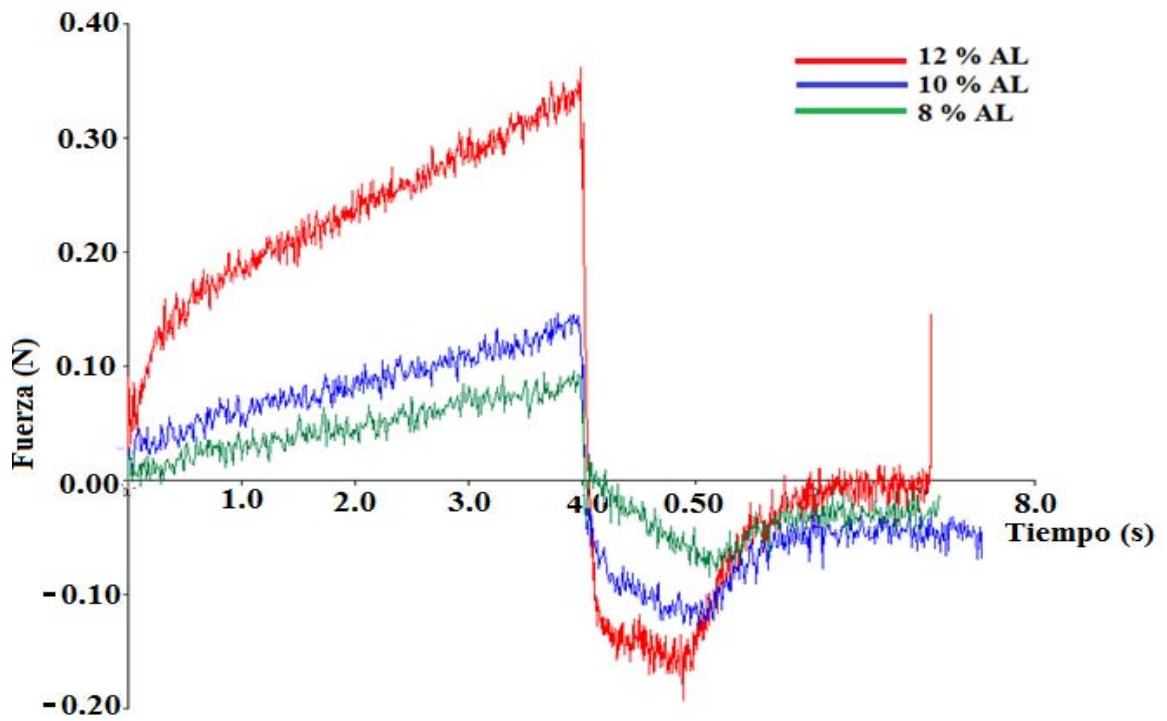


Figura 52. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en los parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado.

### 3.2.3 Efecto de la concentración de grasa vegetal

Antes del temperado las tres formulaciones presentaron curvas de adhesividad parecidas, con ligeros diferencias en el trabajo de penetración y una mayor adhesividad en las formulaciones de 15 y 25 %GV (Figura 53 y Cuadro 16); después del temperado (Figura 54 y Cuadro 16) se observó un notorio incremento de la consistencia y propiedades adhesivas, en especial en la formulación con 25 %GV.

El análisis estadístico (Cuadro 17) mostró que el temperado si generó diferencias significativas en las propiedades adhesivas de las emulsiones, siendo las formulaciones temperadas las que exhibieron mayores valores. La concentración de GV influyó en todos los parámetros texturales, con excepción de la adhesividad las tres concentraciones fueron estadísticamente diferentes, las cremas con 25 %GV presentaron los mayores valores en todos los parámetros.

Cuadro 16. Efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales.

Concentración de grasa vegetal (%)	Proceso	Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
15	Sin temperar	0.12	0.07	15.08	0.08	0.06
	Temperada	0.25	0.12	19.60	0.09	0.10
20	Sin temperar	0.27	0.11	7.15	0.03	0.008
	Temperada	0.96	0.36	17.38	0.19	0.19
25	Sin temperar	0.18	0.10	18.55	0.10	0.10
	Temperada	1.17	0.47	19.66	0.37	0.43

Cuadro 17. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los parámetros texturales.

Tratamiento		Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
Proceso	Sin temperar	0.19 <sup>b</sup>	0.09 <sup>b</sup>	13.59 <sup>b</sup>	0.07 <sup>b</sup>	0.06 <sup>b</sup>
	Temperada	0.79 <sup>a</sup>	0.32 <sup>a</sup>	18.88 <sup>a</sup>	0.22 <sup>a</sup>	0.24 <sup>a</sup>
Concentración de grasa vegetal (%)	15	0.18 <sup>c</sup>	0.09 <sup>c</sup>	17.34 <sup>b</sup>	0.08 <sup>c</sup>	0.08 <sup>b</sup>
	20	0.61 <sup>b</sup>	0.23 <sup>b</sup>	12.26 <sup>c</sup>	0.11 <sup>b</sup>	0.1 <sup>b</sup>
	25	0.67 <sup>a</sup>	0.29 <sup>a</sup>	19.1 <sup>a</sup>	0.24 <sup>a</sup>	0.26 <sup>a</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.5$ .

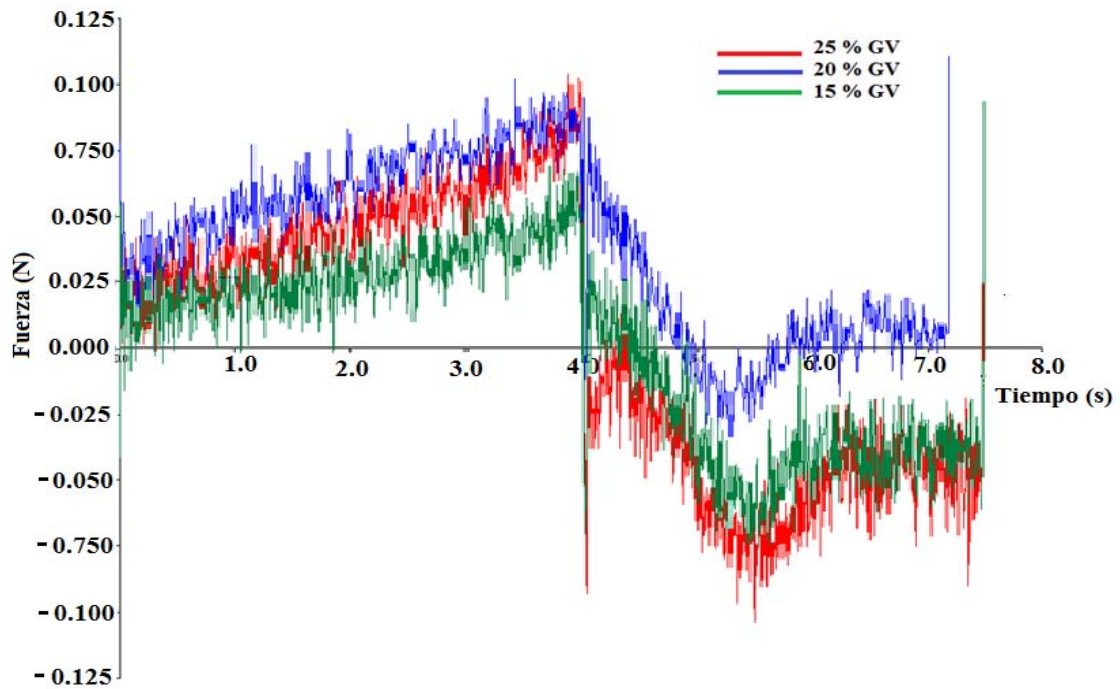


Figura 53. Efecto de la concentración de grasa vegetal en parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado.

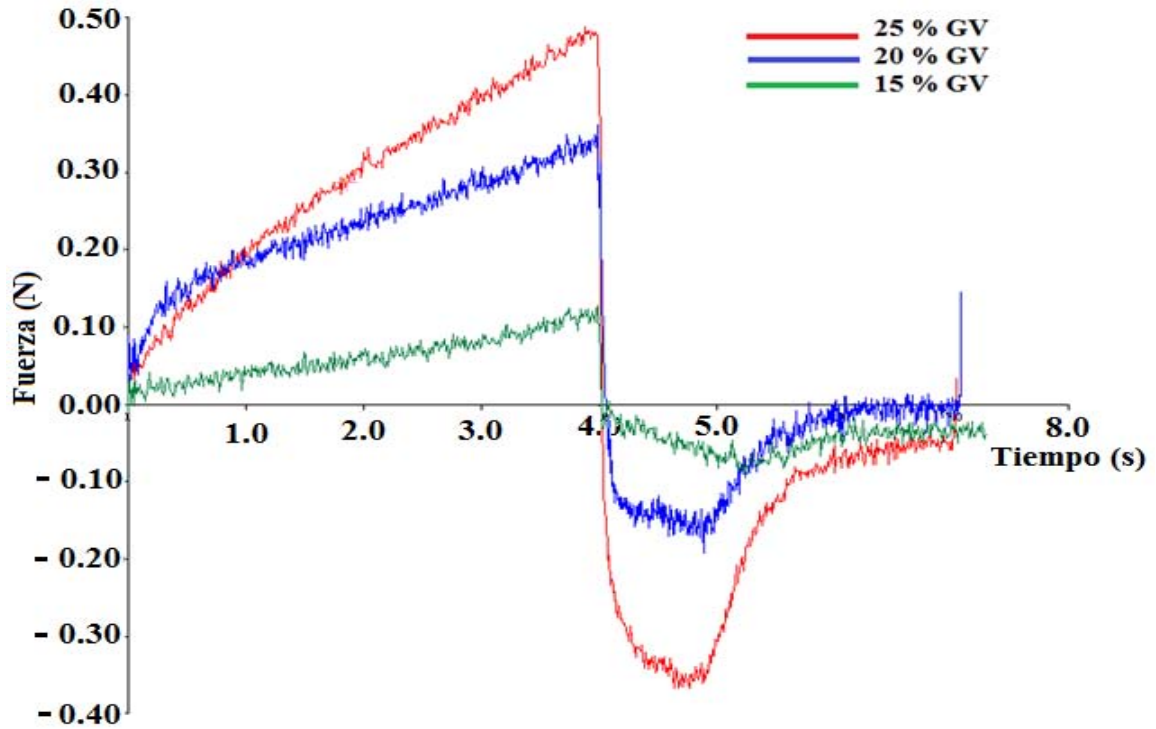


Figura 54. Efecto de la concentración de grasa vegetal en los parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado.

### 3.2.4 Efecto del tipo de grasa vegetal

Antes del temperado las dos formulaciones presentaron curvas de adhesividad casi idénticas, (Figura 55 y Cuadro 18); después del temperado (Figura 56 y Cuadro 18) se observó un notorio incremento de la consistencia y propiedades adhesivas en la formulación con 20 %GV.

El análisis estadístico (Cuadro 19) mostró que el temperado si generó diferencias significativas en las propiedades adhesivas de las emulsiones, siendo las formulaciones temperadas las que exhiben mayores valores. El tipo de grasa a emplear influyó en todos los parámetros, siendo las formulaciones con grasa vegetal las que exhiben los mayores valores.

Cuadro 18. Efecto del tipo de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de los parámetros texturales.

Tipo de grasa vegetal	Proceso	Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
Aceite	Sin temperar	0.21	0.09	10.55	0.04	0.02
	Temperada	0.21	0.09	9.60	0.04	0.01
Grasa	Sin temperar	0.27	0.11	7.15	0.03	0.008
	Temperada	0.96	0.36	17.38	0.19	0.19

Cuadro 19. Resultados del análisis estadístico para el efecto del tipo de grasa y el temperado en los parámetros texturales.

Tratamiento		Trabajo de penetración (N s)	Consistencia (N)	Estiramiento (mm)	Fuerza adhesiva (N)	Adhesividad (N s)
Proceso	Sin temperar	0.24 <sup>b</sup>	0.10 <sup>b</sup>	8.85 <sup>b</sup>	0.04 <sup>b</sup>	0.01 <sup>b</sup>
	Temperada	0.58 <sup>a</sup>	0.23 <sup>a</sup>	13.49 <sup>a</sup>	0.11 <sup>a</sup>	0.10 <sup>a</sup>
Tipo de grasa	Grasa	0.61 <sup>a</sup>	0.23 <sup>a</sup>	12.26 <sup>a</sup>	0.11 <sup>a</sup>	0.10 <sup>a</sup>
	Aceite	0.21 <sup>b</sup>	0.09 <sup>b</sup>	10.08 <sup>b</sup>	0.04 <sup>b</sup>	0.02 <sup>b</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.5$ .

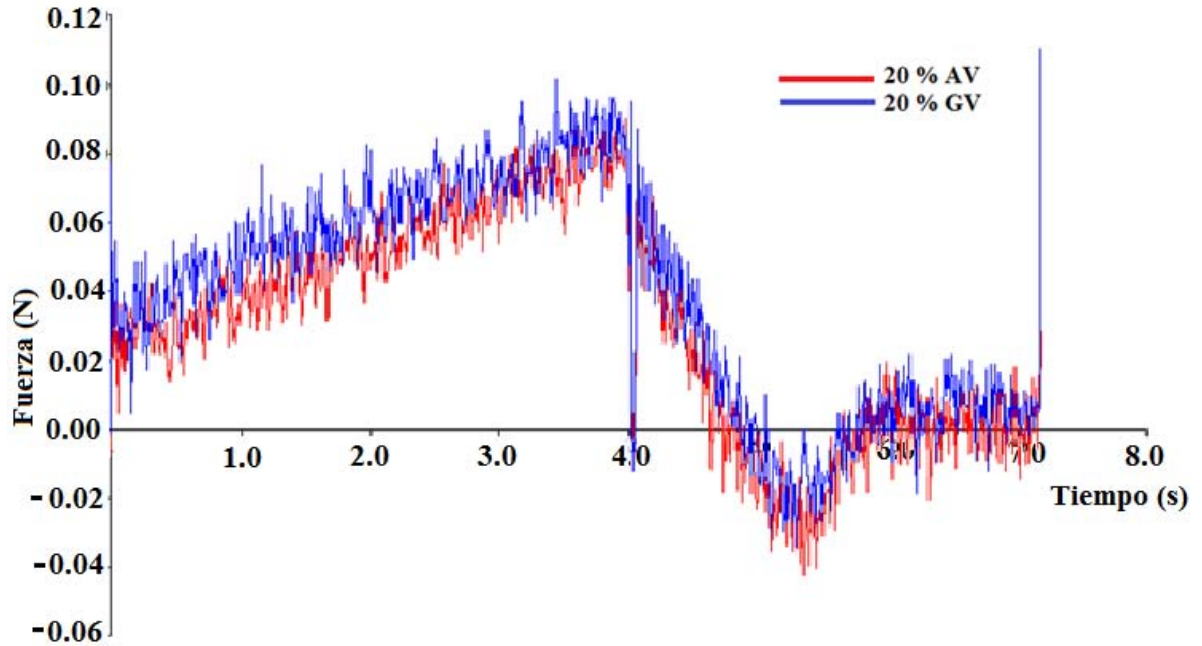


Figura 55. Efecto del tipo grasa en parámetros texturales de cremas vegetales antes del temperado.

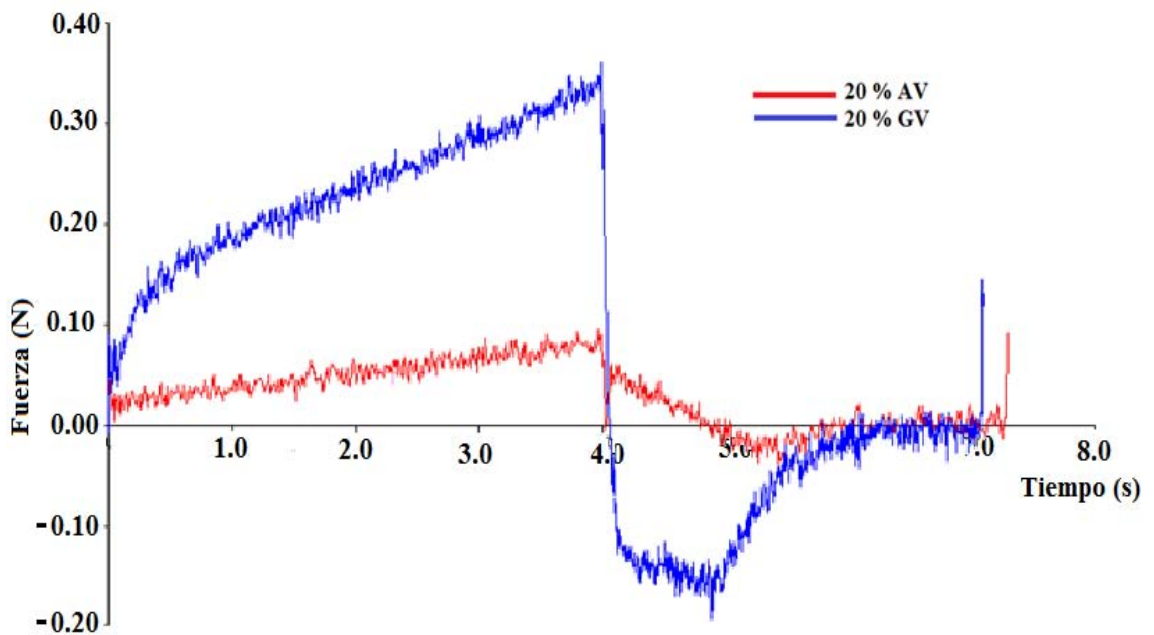


Figura 56. Efecto del tipo de grasa en los parámetros texturales de cremas vegetales después del temperado.

### **3.3 Distribución de tamaño de partícula**

#### **3.3.1 Efecto de la concentración de leche descremada**

Las gráficas obtenidas antes del temperado mostraron distribuciones bimodales, una población siempre menor en diámetros y % en volumen que la otra (Figura 57, 58 y 59). Después del temperado, la formulación sin LD (Figura 57) conservó su distribución bimodal en los mismos intervalos de diámetros pero con ligeras variaciones en el volumen, por lo que se puede deducir que el efecto del temperado es mínimo. La formulación con 5 %LD (Figura 58) también conservó una distribución bimodal pero en distintos intervalos de diámetros y volúmenes: mostró un aumento considerable del volumen de las partículas de diámetros menores (1.4 a 14  $\mu\text{m}$ ) y un ligero desplazamiento de las partículas de mayor tamaño a diámetros mayores. La formulación con 7.5 %LD (Figura 59) cambió su distribución bimodal a una monomodal; mostrando un incremento del volumen de la población ubicada en los diámetros más grandes (56 a 250  $\mu\text{m}$ ).

De acuerdo a lo anterior es posible suponer el tipo de coalescencia parcial que ha tenido lugar en cada una de las emulsiones, según lo reportado por Fredrick y col. (2010), que identificaron cuatro tipos de coalescencia parcial a partir de los cambios en la distribución del tamaño de partícula, considerando que para dicho estudio la emulsión base empleada es originalmente monomodal, contrario de los resultados aquí obtenidos donde las emulsiones antes del temperado son bimodales. La formulación que no poseía LD no mostró cambios que indiquen que haya sufrido formación de agregados vía coalescencia parcial; sin embargo, el aumento de los parámetros reológicos podría significar la existencia de otro fenómeno denominado “jamming” que obstaculiza el flujo y se presenta mayormente cuando la emulsión tiene un diámetro de gota pequeño, según lo investigado por Golemanov y col. (2006), es una ruta mediante la cual se pueden producir geles en reposo, sin ruptura de la película interfacial. Las formulaciones que si poseían LD mostraron cambios que indicaron que fueron afectadas por el proceso y que el incremento de la concentración de LD generó comportamientos distintos; por lo tanto, algún tipo de coalescencia parcial ha tuvo lugar, la formulación con 5 %LD presentó un comportamiento similar a la coalescencia parcial “tipo B”, debido a que el tamaño de partícula fue mayor al original. La formulación con 7.5 %LD presentó un comportamiento similar al descrito por

la coalescencia parcial “tipo C” debido a que no mostró cambios en los intervalos de diámetros.

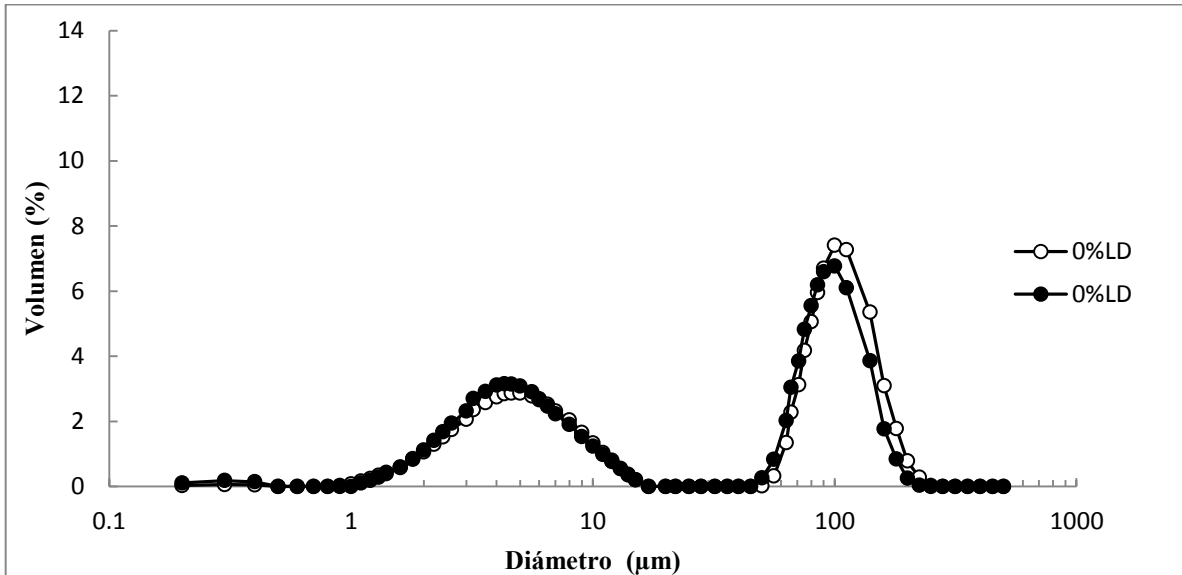


Figura 57. Efecto del temperado en una emulsión sin leche descremada, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

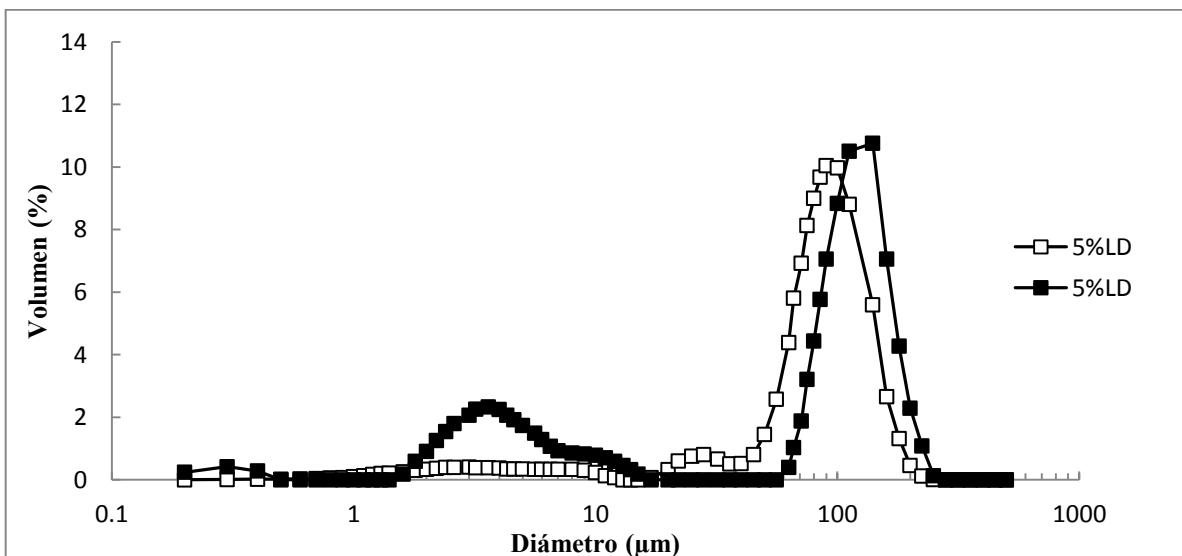


Figura 58. Efecto del temperado en una emulsión con 5% de leche descremada, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).



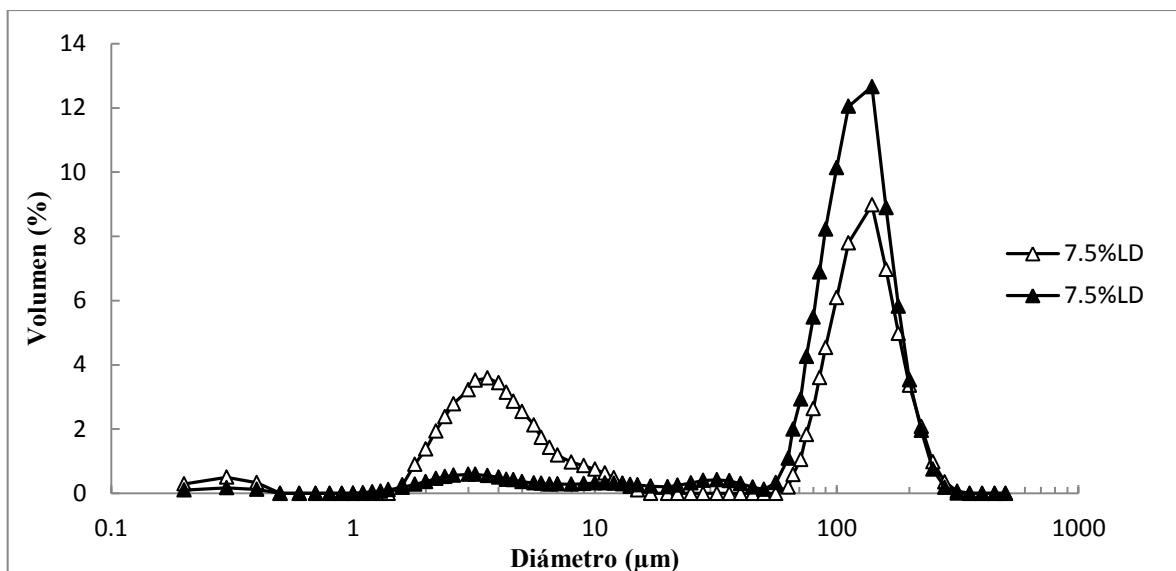


Figura 59. Efecto del temperado en una emulsión con 7.5% de leche descremada, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

### 3.3.2 Efecto de la concentración de almidón lipofílico

Las gráficas obtenidas antes del temperado mostraron distribuciones bimodales, una población siempre menor en diámetros y % en volumen que la otra (Figura 60, 61 y 62). Después del temperado, la formulación con 8 %AL cambió su distribución bimodal a una monomodal (Figura 60); mostrando un incremento del volumen de la población ubicada en los diámetros más grandes (56 a 250 µm). La formulación con 10 %AL conservó su distribución bimodal pero en distintos rangos de diámetros y volúmenes (Figura 61); mostró una disminución del volumen de las partículas de diámetros menores y un aumento considerable del volumen de la población ubicada en los diámetros más grandes. Los resultados concernientes a la formulación con 12 %AL (Figura 62) corresponden a la formulación base.

En las tres concentraciones el temperado generó comportamientos distintos, por consiguiente algún tipo de coalescencia parcial tuvo lugar. La formulación con 8 %AL y la formulación con 10 %AL mostraron un comportamiento similar a la coalescencia parcial del tipo “C” o “D” (Fredrick y col., 2010), debido a que no mostraron cambios en los rangos de diámetros.

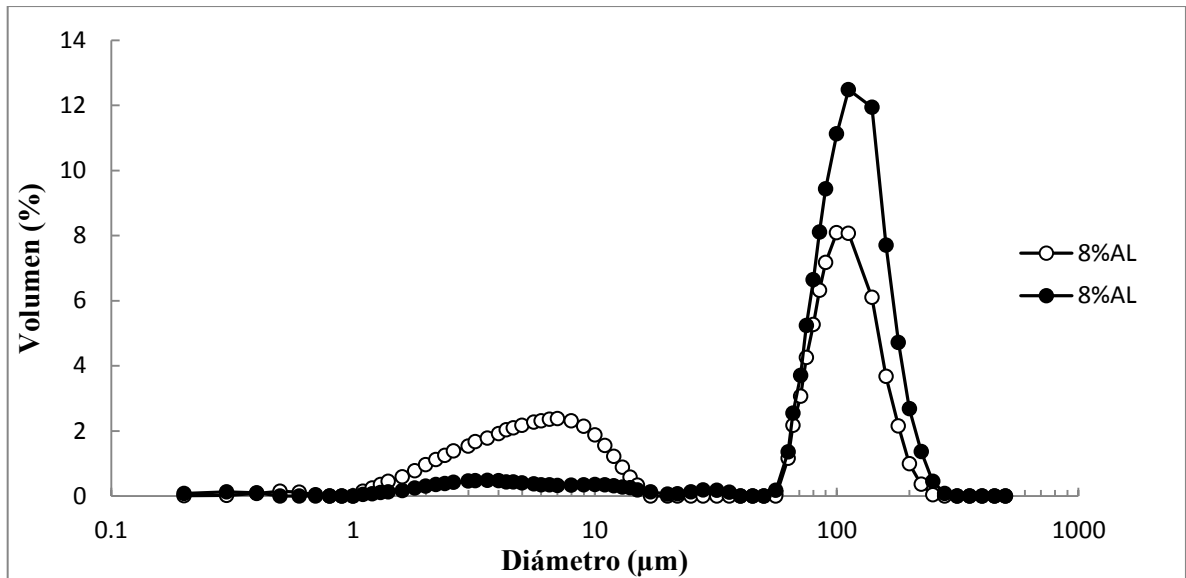


Figura 60. Efecto del temperado en una emulsión con 8% de almidón lipofílico, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

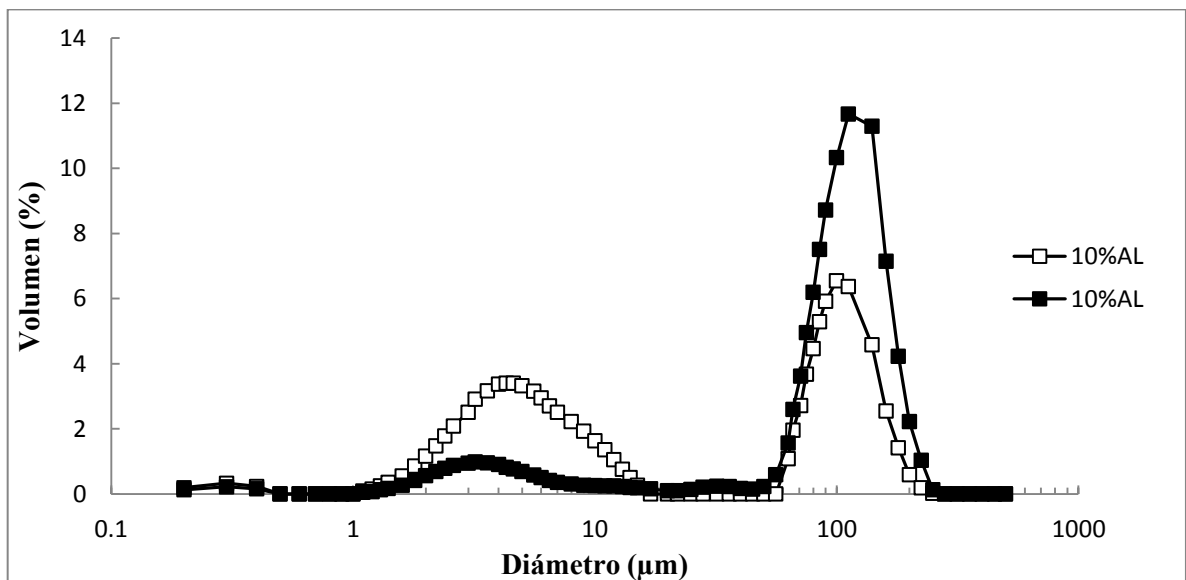


Figura 61. Efecto del temperado en una emulsión con 10% de almidón lipofílico, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

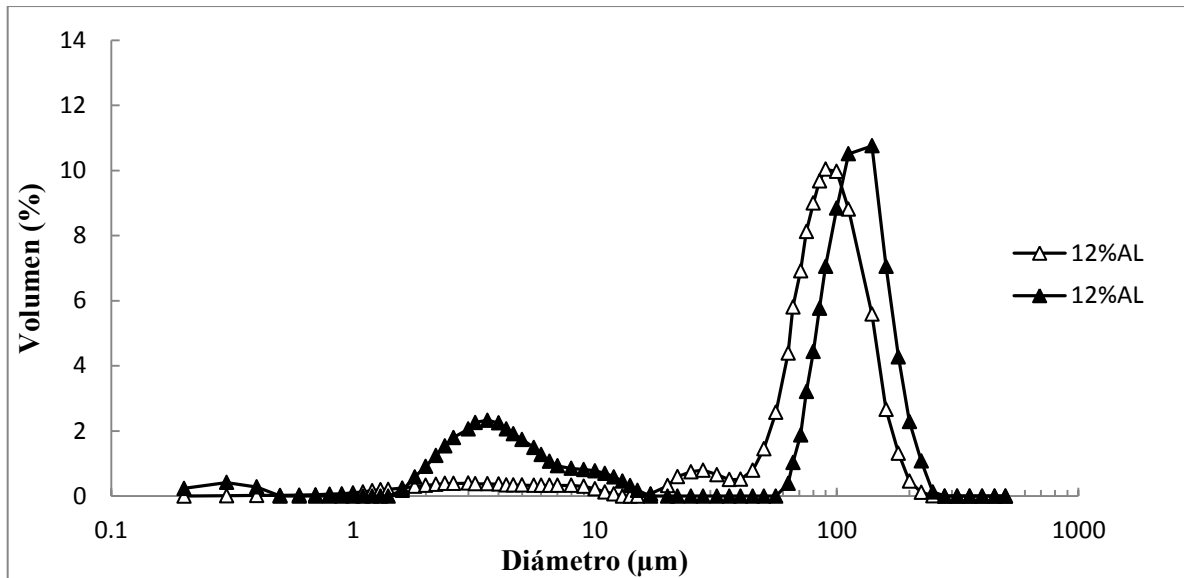


Figura 62. Efecto del temperado en una emulsión con 12% de almidón lipofílico, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

### 3.3.3 Efecto de la concentración de grasa vegetal

Las gráficas obtenidas antes del temperado mostraron poblaciones bimodales, una población siempre menor en diámetros y % en volumen que la otra (Figura 63, 64 y 65). Después del temperado, la formulación con 15 %GV (Figura 63) conservó su distribución bimodal en los mismos rangos de diámetros pero con ligeras variaciones en el volumen, por lo que se puede deducir que el efecto del temperado es mínimo o nulo. Los resultados concernientes a la formulación con 20 %GV (Figura 64) corresponden a la formulación base. La formulación con 25 %GV (Figura 65) cambió su distribución bimodal a una monomodal; mostrando un incremento del volumen de la población ubicada en los diámetros más grandes (56 a 250 µm).

La formulación con 15 %GV no mostró cambios que indiquen que haya sufrido formación de agregados vía coalescencia parcial, sin embargo el aumento de los parámetros reológicos puede significar la existencia del fenómeno denominado “jamming”; las formulaciones con 20 y 25 %GV mostraron cambios que indican que fueron afectadas por el proceso y que el incremento de la concentración de GV en ese intervalo generó comportamientos distintos; por consiguiente algún tipo de coalescencia parcial ha tenido

lugar, la formulación con 25 %GV presentó un comportamiento similar a la coalescencia tipo A ( Fredrick y col., 2010).

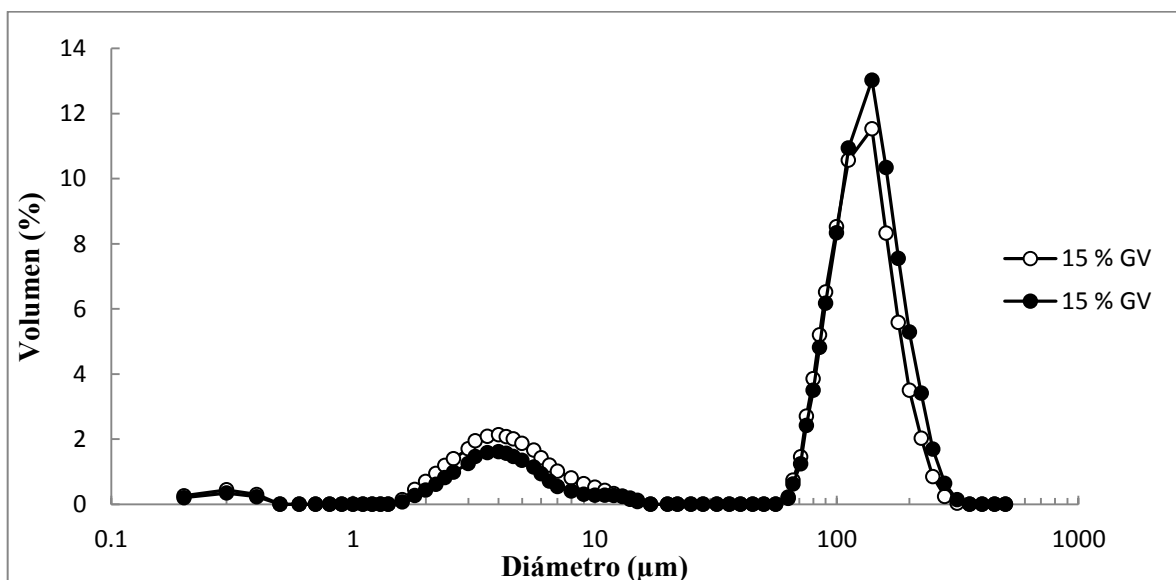


Figura 63. Efecto del temperado en una emulsión con 15% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

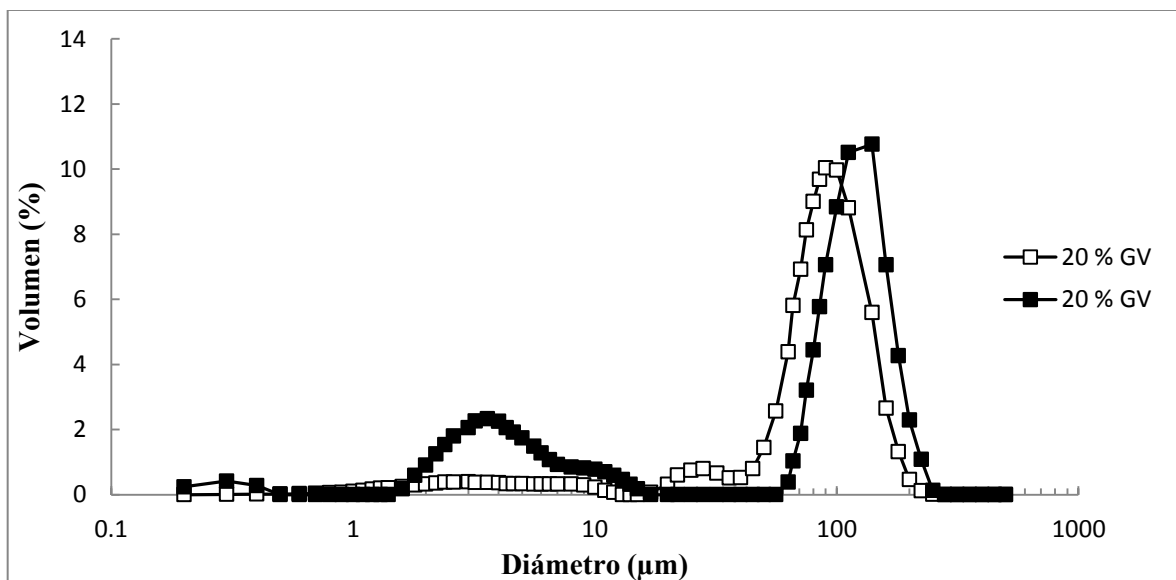


Figura 64. Efecto del temperado en una emulsión con 20% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

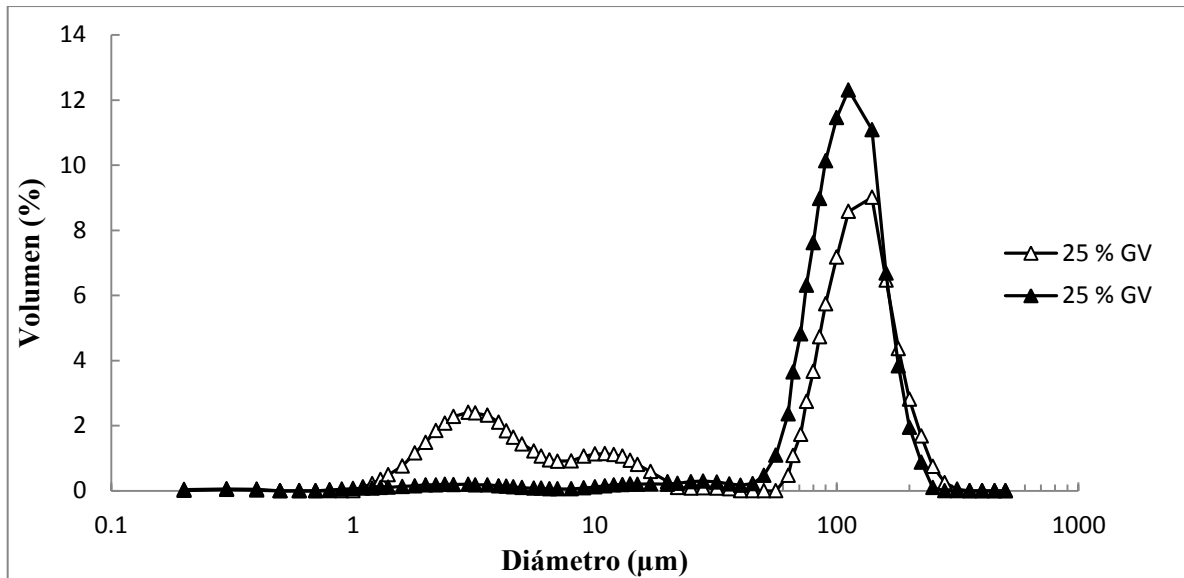


Figura 65. Efecto del temperado en una emulsión con 25% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

### 3.3.4 Efecto del tipo de grasa vegetal

Las gráficas obtenidas antes del temperado mostraron poblaciones bimodales, una población siempre menor en diámetros y % en volumen que la otra (Figura 66 y 67). Después del temperado, la formulación con AV (Figura 67) conservó su distribución bimodal en los mismos rangos de diámetros pero con ligeras variaciones en el volumen, por lo que se puede deducir que el efecto del temperado es mínimo o nulo. Los resultados concernientes a la formulación con GV (Figura 66) corresponden a la formulación base.

La formulación con AV no mostró cambios que indiquen que haya sufrido formación de agregados vía coalescencia parcial.

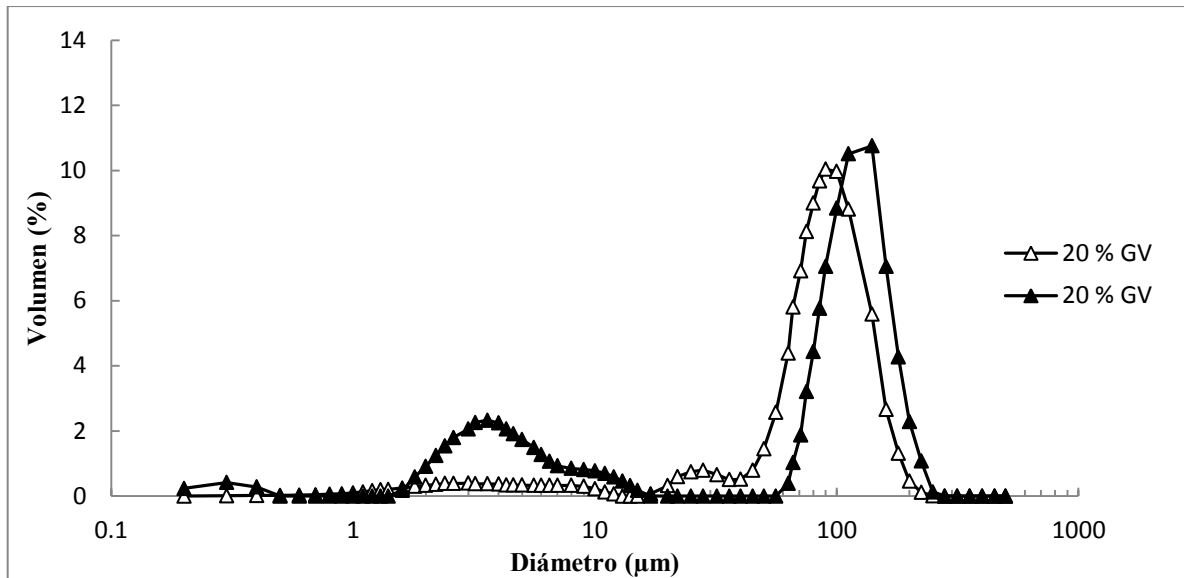


Figura 66. Efecto del temperado en una emulsión con 20% de grasa vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

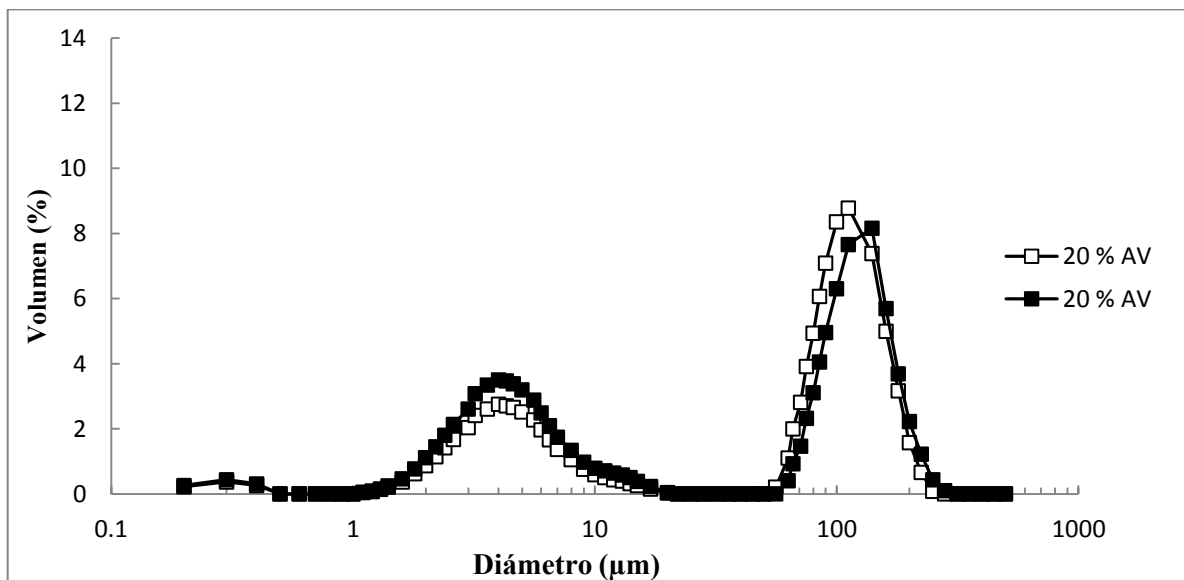


Figura 67. Efecto del temperado en una emulsión con 20% de aceite vegetal, formulación sin temperar (símbolos vacíos) y formulación temperada (símbolos rellenos).

### 3.4 Estabilidad por dispersión óptica de la luz

#### 3.4.1 Efecto de la concentración de leche descremada

A partir de las gráficas de transmisión y retrodispersión en función del tiempo se obtuvieron las cinéticas de desestabilización; la única formulación analizada en retrodispersión fue la que no poseía LD, como se ejemplifica en la Figura 68, debido a que el clarificado era opaco, por lo que la señal de transmisión no mostró cambios apreciables.

Las cinéticas obtenidas antes del temperado mostraron distintos comportamientos; la formulación que no poseía LD fue la más estable de las tres concentraciones, al presentar la menor altura de clarificado ( $h_{max}$ ) con el mayor  $t_{1/2}$  (tiempo necesario para clarificar la mitad de  $h_{max}$ ); también mostró un incremento del clarificado gradual, y por lo tanto un ascenso menos abrupto a diferencia de las demás formulaciones (Figura 69). Las formulaciones que si poseían LD (5 y 7.5 %) fueron más proclives al clarificado, alcanzaron  $h_{max}$  similares pero en  $t_{1/2}$  diferentes (Cuadro 20), comparadas con base en el tiempo, la formulación más estable fue la que contenía 7.5 %LD. Después del temperado la formulación que no posee leche descremada fue igualmente la más estable al mostrar una mayor  $h_{max}$  en un menor  $t_{1/2}$  y fue la formulación que menos cambios sufrió por efecto del temperado, debido a que estaba estabilizada con 12 %AL (Cuadro 3, página 59).

El análisis estadístico (Cuadro 21) mostró que el temperado no generó diferencias significativas en las constantes de estabilidad de las emulsiones, mientras que la concentración si influyó en  $h_{max}$  y  $t_{1/2}$ , las cremas que no poseen leche descremada presentaron el menor valor de  $h_{max}$  y el mayor  $t_{1/2}$ . Las formulaciones con 5 y 7.5 %LD fueron estadísticamente iguales en ambas constantes.

Es importante mencionar que no se descartó la posible presencia de otros fenómenos de inestabilidad que pudieran estar asociados o no a la coalescencia parcial, como es el caso de la coalescencia parcial lenta (Fredrick y col., 2010) que puede conducir a la formación de agregados más propensos al cremado; o la floculación por depleción, que ocasiona un incremento de la fuerza atractiva entre las gotas de aceite y es propiciada por un exceso de proteína o polisacárido no adsorbido en la fase continua (Fennema, 1982). Por otro lado no se puede despreciar la influencia del tiempo requerido para la prueba así como

el cambio de temperaturas; la muestra debía estar a 25 °C para realizar la medición pero era almacenada en refrigeración a 5 °C.

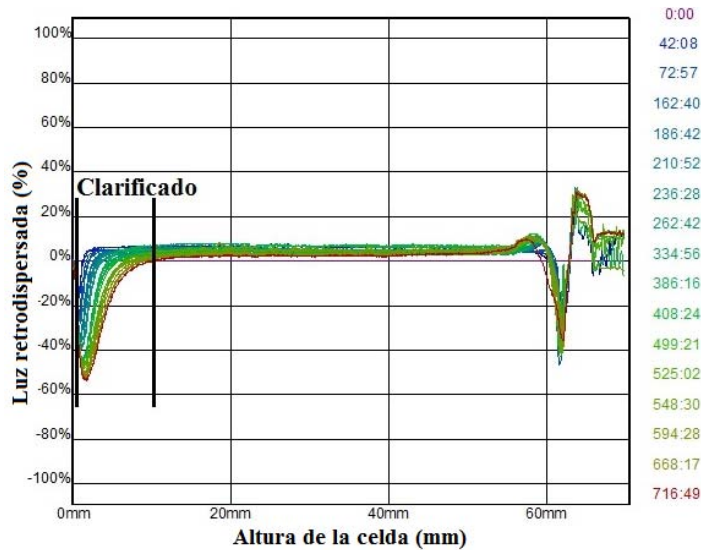


Figura 68. Retrodispersión con referencia cero (formulación que no posee leche descremada sin temperar).

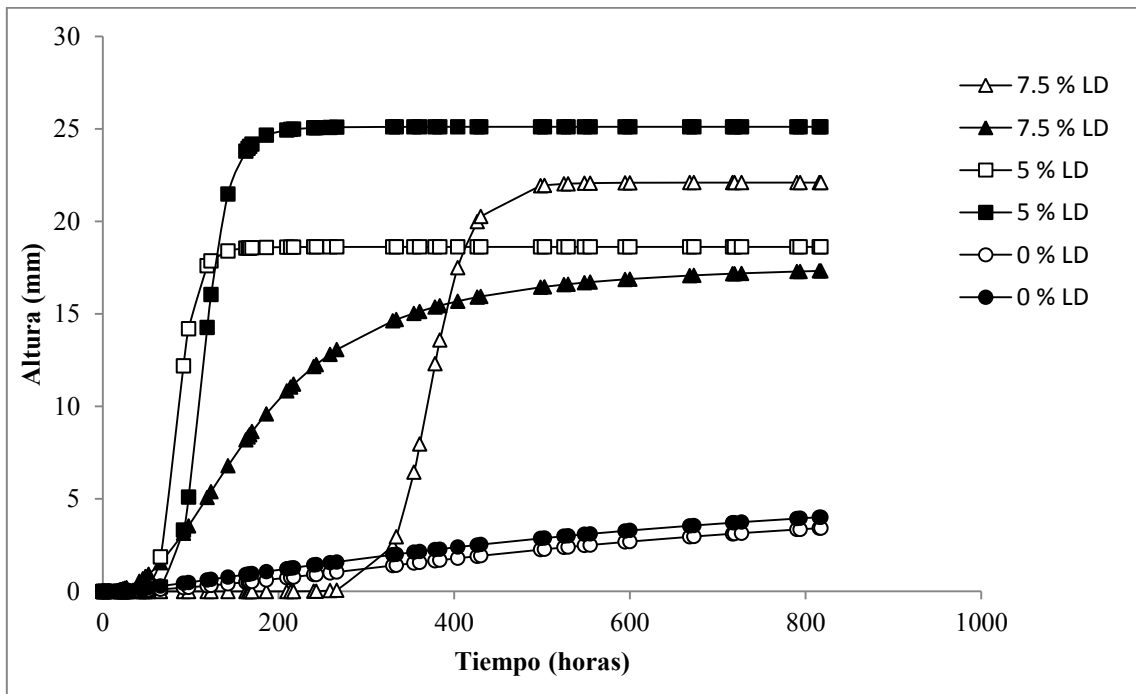


Figura 69. Efecto de la concentración de la leche descremada en la cinética de desestabilización de cremas vegetales sin temperar (símbolos vacíos) y temperadas (símbolos rellenos).



Cuadro 20. Efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en los valores promedio de las constantes de estabilidad.

Concentración de leche descremada (%)	Proceso	$h_{max}$ (mm)	$t_{1/2}$ (horas)
0	Sin temperar	5.6	623.9
	Temperada	6.8	633.0
5	Sin temperar	18.6	85.1
	Temperada	25.1	115.1
7.5	Sin temperar	22.1	373.3
	Temperada	17.7	173.8

Cuadro 21. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de leche descremada y el temperado en las constantes de estabilidad.

Tratamiento		$h_{max}$ (mm)	$t_{1/2}$ (horas)
Proceso	Sin temperar	15.4 <sup>a</sup>	360.8 <sup>a</sup>
	Temperada	16.6 <sup>a</sup>	307.3 <sup>a</sup>
Concentración de leche descremada (%)	0	6.2 <sup>b</sup>	628.5 <sup>a</sup>
	5	21.9 <sup>a</sup>	100.1 <sup>b</sup>
	7.5	19.9 <sup>a</sup>	273.5 <sup>b</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice para cada tratamiento son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

### 3.4.2 Efecto de la concentración de almidón lipofílico

Las cinéticas de desestabilización (Figura 71) fueron obtenidas analizando únicamente gráficas de transmisión, ya que el clarificado de todas las emulsiones era translucido, como se muestra la Figura 70. Las cinéticas obtenidas para las formulaciones antes del temperado mostraron que la menor y la mayor concentración de AL (12 y 8 % respectivamente) alcanzaron alturas de clarificado similares ( $h_{max}$ ) sin embargo, la formulación menos concentrada (8 %) clarificó en el menor  $t_{1/2}$  por lo tanto fue la menos estable (Cuadro 22). La formulación más estable fue la que contenía 10 %AL al presentar el mayor  $t_{1/2}$ . Después del temperado únicamente en la formulación con 8 %AL se nota un menor espesor y tiempo mientras que las cinéticas obtenidas para las formulaciones con 10 y 12 %AL mostraron  $h_{max}$  y  $t_{1/2}$  similares (Cuadro 22).

El análisis estadístico (Cuadro 23) mostró que el temperado no influyó en  $h_{max}$  pero si en el  $t_{1/2}$ , las cremas sin temperar resultaron ser las más estables, al presentar el mayor tiempo medio. La concentración no influyó en  $h_{max}$  pero si en el  $t_{1/2}$ , donde las tres

concentraciones son estadísticamente diferentes, el mayor valor lo presentaron las cremas con 10 %AL.

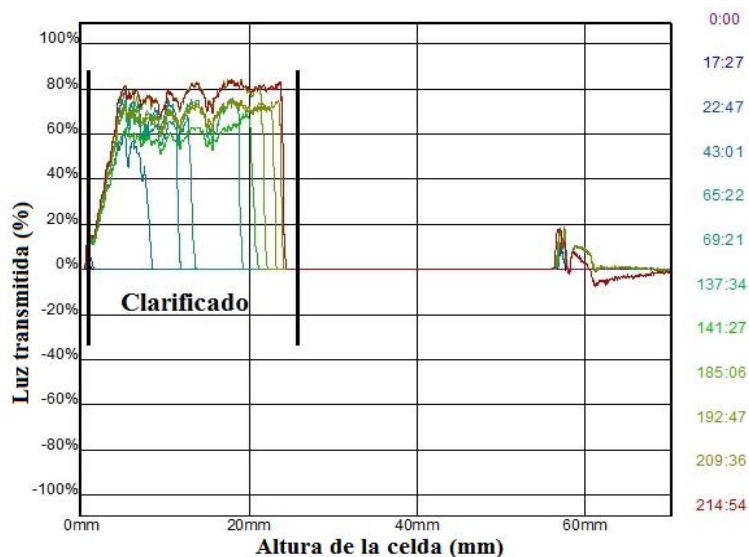


Figura 70. Transmisión con referencia cero (formulación con 10% de almidón lipofílico sin temperar).

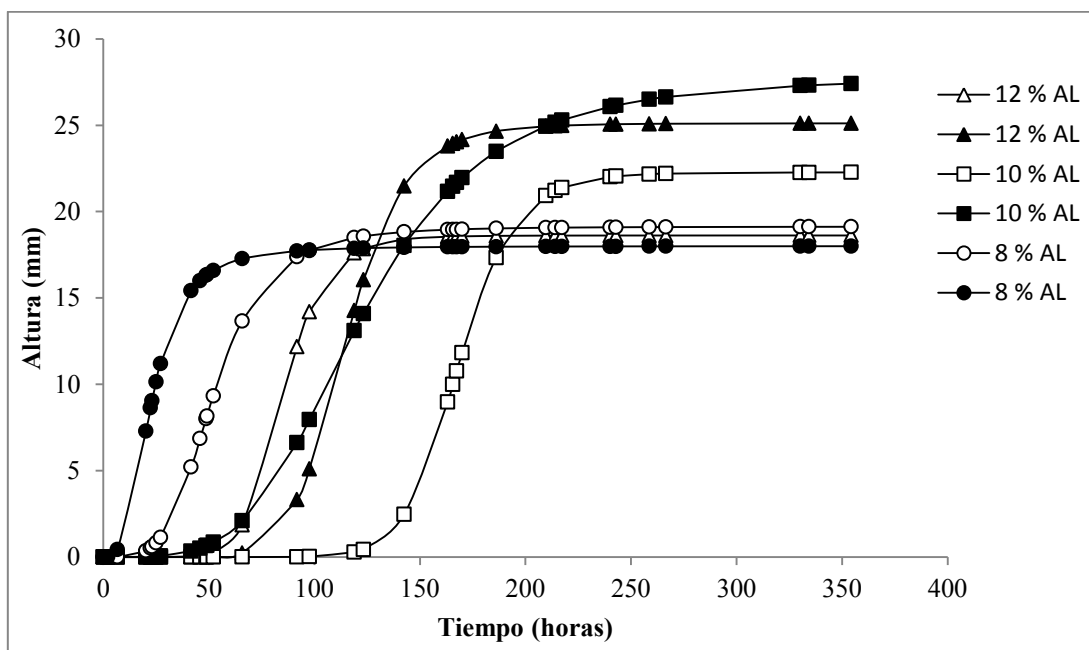


Figura 71. Efecto de la concentración de almidón lipofílico en la cinética de desestabilización de cremas vegetales sin temperar (símbolos vacíos) y temperadas (símbolos rellenos).

Cuadro 22. Efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en los valores promedio de las constantes de estabilidad.

Concentración de almidón lipofílico (%)	Proceso	$h_{max}$ (mm)	$t_{1/2}$ (horas)
8	Sin temperar	19.1	52.7
	Temperada	18.0	23.0
10	Sin temperar	22.3	168.3
	Temperada	27.8	122.4
12	Sin temperar	18.6	85.1
	Temperada	25.1	115.1

Cuadro 23. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de almidón lipofílico y el temperado en las constantes de estabilidad.

Tratamiento		$h_{max}$ (mm)	$t_{1/2}$ (horas)
Proceso	Sin temperar	20 <sup>a</sup>	102.1 <sup>a</sup>
	Temperada	23.6 <sup>a</sup>	86.8 <sup>b</sup>
Concentración de almidón lipofílico (%)	8	18.6 <sup>a</sup>	37.9 <sup>c</sup>
	10	25 <sup>a</sup>	145.4 <sup>a</sup>
	12	21.9 <sup>a</sup>	100.1 <sup>b</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice para cada tratamiento son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

### 3.4.3 Efecto de la concentración de grasa vegetal

Las cinéticas de desestabilización (Figura 73) fueron obtenidas analizando gráficas de transmisión, ya que el clarificado de todas las emulsiones era translucido, como se muestra la Figura 72. Las cinéticas obtenidas antes del temperado muestran  $h_{max}$  y  $t_{1/2}$  diferentes (Cuadro 24), la formulación con 25 %GV tiene los menores valores de  $h_{max}$  y  $t_{1/2}$ . Las formulaciones con 15 %GV y 20 %GV muestran valores similares de  $h_{max}$  pero con  $t_{1/2}$  diferentes, el mayor valor lo ostenta la formulación con 20 %GV. Después del temperado el espesor de clarificado ( $h_{max}$ ) disminuye con el aumento de la concentración de GV, los valores de  $t_{1/2}$  fueron similares en las concentraciones con 15 %GV y 20 %GV (Cuadro 24), únicamente en formulación con 25 %GV se nota un menor espesor y tiempo.

El diseño estadístico (Cuadro 25) mostró que el temperado si genera diferencias significativas en las constantes de estabilidad de las emulsiones, siendo las formulaciones temperadas las que exhiben los mayores valores. La concentración si influyó en  $h_{max}$ , donde las tres concentraciones son estadísticamente diferentes, los valores de  $h_{max}$

disminuyen con el aumento de la concentración. Respecto de  $t_{1/2}$ , las cremas más estables fueran aquellas con la concentración intermedia de GV.

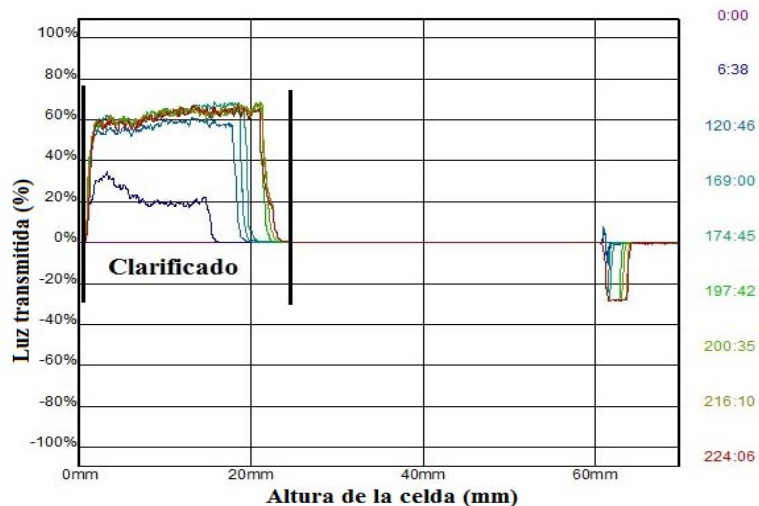


Figura 72. Transmisión con referencia cero (formulación con 25% de grasa vegetal temperada).

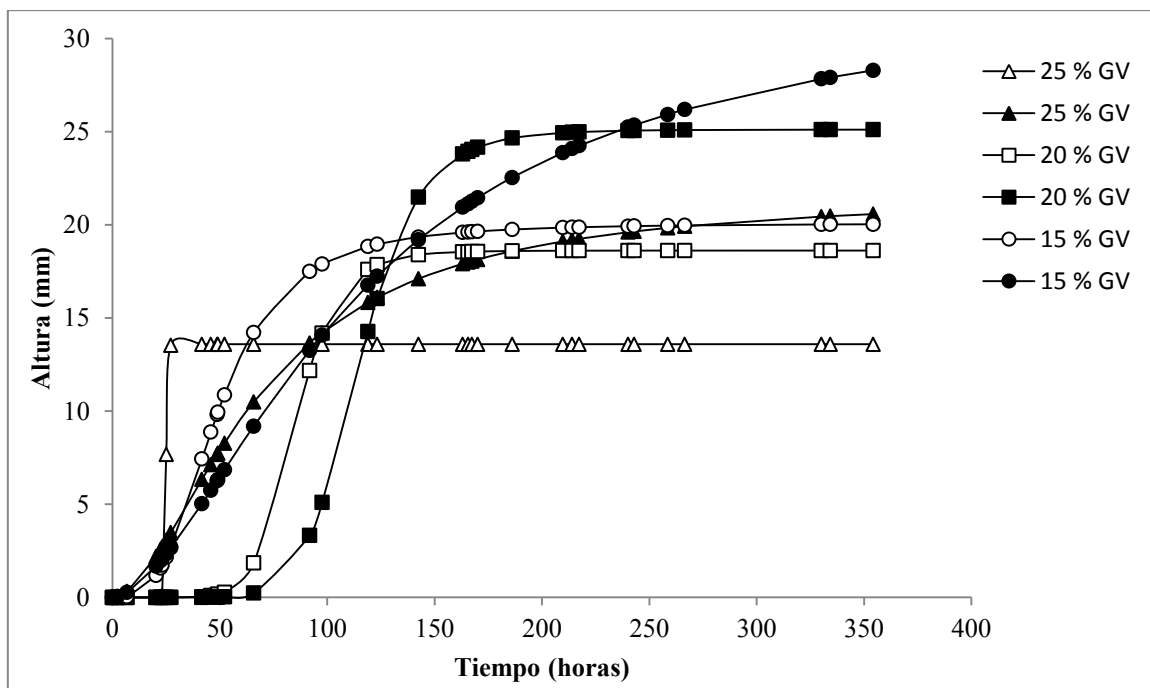


Figura 73. Efecto de la concentración de grasa vegetal en la cinética de desestabilización de cremas vegetales sin temperar (símbolos vacíos) y sin temperar (símbolos rellenos).

Cuadro 24. Efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en los valores promedio de las constantes de estabilidad.

Concentración de grasa vegetal (%)	Proceso	$h_{max}$ (mm)	$t_{1/2}$ (horas)
15	Sin temperar	20.1	49.4
	Temperada	33.5	113.5
20	Sin temperar	18.6	85.1
	Temperada	25.1	115.1
25	Sin temperar	13.6	24.9
	Temperada	21.6	68.0

Cuadro 25. Resultados del análisis estadístico para el efecto de la concentración de grasa vegetal y el temperado en las constantes de estabilidad.

Tratamiento		$h_{max}$ (mm)	$t_{1/2}$ (horas)
Proceso	Sin temperar	17.4 <sup>b</sup>	53.1 <sup>b</sup>
	Temperada	26.4 <sup>a</sup>	99.3 <sup>a</sup>
Concentración de grasa vegetal (%)	15	26.3 <sup>a</sup>	82.1 <sup>b</sup>
	20	21.9 <sup>b</sup>	100.1 <sup>a</sup>
	25	17.6 <sup>c</sup>	46.5 <sup>c</sup>

Nota. Los valores con diferente superíndice para cada tratamiento son estadísticamente diferentes al aplicar la prueba de Tukey con  $\alpha=0.05$ .

### 3.4.4 Efecto del tipo de grasa vegetal

Antes del temperado la formulación con aceite vegetal no mostró cambios cuantificables en los escaneos de transmisión y retrodispersión en función del tiempo (Figura 74) y por lo tanto no posee cinética de desestabilización, es decir no presenta ningún fenómeno de inestabilidad tanto en transmisión como en retrodispersión, lo que significa que es estable en el intervalo de tiempo estudiado. A diferencia de la formulación con 20 %GV en donde se puede apreciar claramente el clarificado de la muestra en la parte inferior de la celda o en el intervalo de 0 a 25 mm de las gráficas de transmisión y retrodispersión (Figura 75). Igualmente, después del temperado la formulación con 20 % AV no mostró cambios cuantificables (Figura 76), y la formulación con 20 %GV presentó clarificado de la muestra (Figura 77).

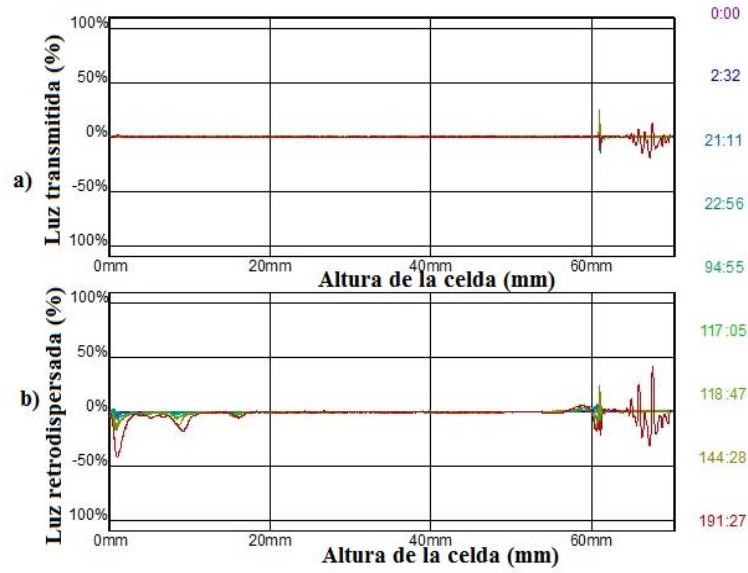


Figura 74. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 % AV sin temperar).

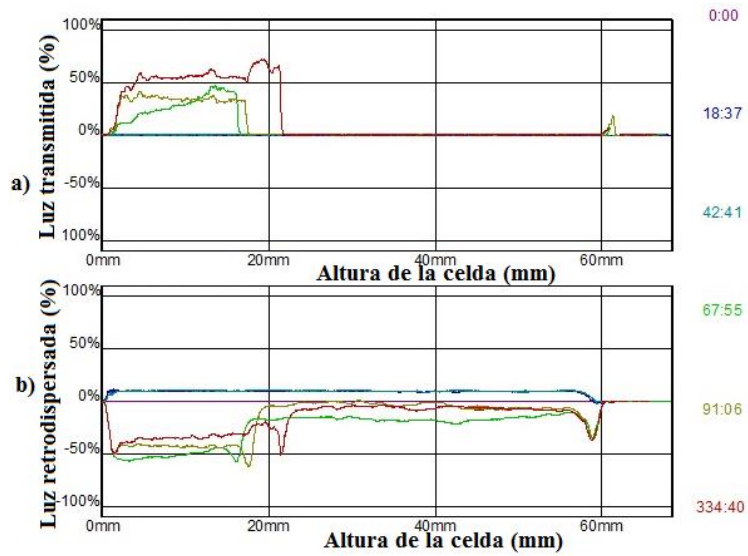


Figura 75. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 %GV sin temperar).

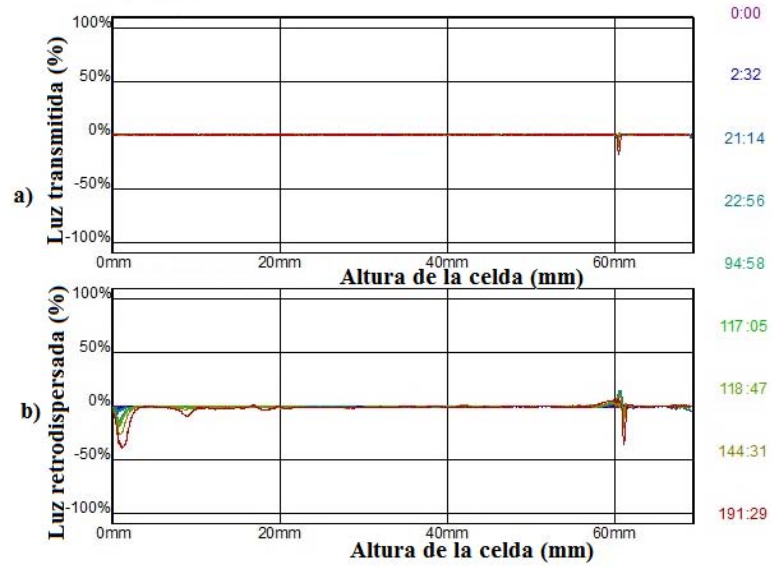


Figura 76. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 %AV temperada).

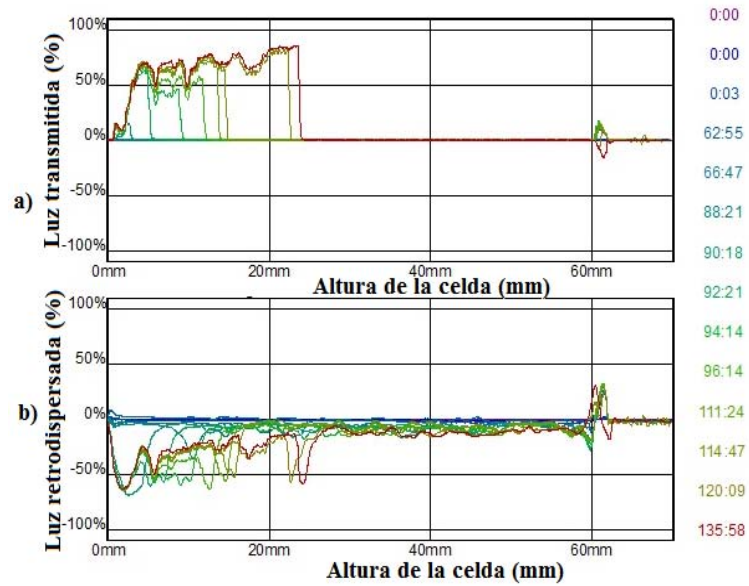


Figura 77. Transmisión (a) y retrodispersión (b) con referencia cero (formulación con 20 % GV temperada).

## Conclusiones

El cambio de una emulsión inicialmente fluida a un producto con consistencia espesa o sólida, por efecto del temperado, puede cuantificarse a través de una caracterización viscoelástica, y para ser atribuida en exclusiva al fenómeno de coalescencia parcial es necesario observar un cambio en la distribución en el tamaño de partícula. La formulación sin LD y la formulación con 15 %GV muestran un incremento de los módulos dinámicos por efecto del temperado pero la distribución del tamaño de partícula no cambió de forma sustancial (como en el caso de la mayoría de las emulsiones) después de la aplicación del temperado. De acuerdo a lo anterior, el incremento de los módulos puede tener una explicación alternativa y atribuirse a otro fenómeno denominado “jamming”, asociado a la formación de geles.

Cuando se varió la concentración de leche descremada y se mantuvieron constantes el contenido de grasa vegetal (20 %) y almidón lipofílico (12 %), antes del temperado, las emulsiones aumentaron sus propiedades reológicas y texturales en función de la adición o incremento de la concentración de leche descremada. La formulación con 0 %LD fue la que produjo emulsiones más estables, al drenar el menor espesor (o altura) de clarificado ( $h_{max}$ ) en el mayor tiempo ( $t_{1/2}$ ), lo que significa que una concentración de 12 %AL es suficiente para mantener estable una emulsión con 20 %GV contra la separación gravitacional. La adición de leche descremada incrementó la  $h_{max}$  y disminuyó el  $t_{1/2}$ , por lo que puede suponerse que la adición de leche descremada a un sistema con almidón lipofílico es un factor que disminuye la estabilidad de las emulsiones, este hecho fue en parte atribuido a una posible competencia por la interfase, sin embargo no se descartó el efecto del exceso de proteína y polisacárido, que pudieron promover la floculación por depleción y ésta a su vez la separación de fases. El incremento de la de LD disminuyó el aumento de los parámetros reológicos por efecto del temperado, lo que fue atribuido a que un incremento de la concentración de proteínas aumenta la repulsión estérica, que define en gran medida la distancia mínima entre dos glóbulos que se acercan y por lo tanto puede afectar la eficiencia de captura. La formulación que presentó los mayores valores de  $G'$  y  $G''$  y los mayores valores en los parámetros texturales, fue la que contenía 5 %LD no obstante también fue la menos estable. La formulación con 0 %LD fue la más estable frente al temperado ya que no mostró grandes cambios en los resultados de estabilidad,



distribución del tamaño de partícula y propiedades adhesivas (con excepción de comportamiento reológico).

Cuando se varió la concentración de almidón lipofílico, antes del temperado, las emulsiones aumentaron la mayoría de sus propiedades al incrementarse la concentración de AL, la formulación más estable fue la concentración intermedia de AL. Después del temperado la concentración intermedia de AL mostró los mayores valores de los módulos, sin embargo, no exhibió la mayor consistencia o adhesividad en las pruebas texturales. La formulación menos estable fue la que contenía 8 %AL.

Antes del temperado, las emulsiones aumentaron los valores de los módulos dinámicos en función del incremento de la concentración de GV. Después del temperado, el incremento de la concentración de GV favoreció el aumento de los parámetros reológicos debido a que las emulsiones con una fracción volumétrica de grasa alta son más susceptibles a la coalescencia parcial que las que poseen una fracción volumétrica de grasa baja. La crema con la mayor concentración de grasa vegetal mostró los valores más elevados de  $G'$ ,  $G''$ , adhesividad y consistencia. El aumento de la concentración de grasa disminuyó el espesor de drenado ( $h_{max}$ ), pero también el  $t_{1/2}$ , lo que significa una menor estabilidad.

Cuando se sustituyó la grasa vegetal por aceite vegetal, no se apreció incremento de la consistencia o de los módulos dinámicos, o cambios en las propiedades de las emulsiones por efecto del temperado; hecho que fue atribuido al nulo contenido de grasa sólida del AV, sin material cristalino los glóbulos son incapaces de crear redes y la coalescencia parcial no puede llevarse a cabo.

Los análisis estadísticos mostraron en general que el temperado y la concentración influyeron de forma diversa en las constantes de estabilidad. Cuando se varió la concentración de LD, el temperado no influyó en ninguna constante mientras que la concentración influyó en ambas, en el caso del AL influyen tanto el temperado como la concentración pero únicamente en el  $t_{1/2}$ , sólo en el caso de la grasa vegetal influyen tanto el temperado como la concentración en las dos constantes.

Las emulsiones tipo crema con almidón lipofílico y leche descremada fueron susceptibles al temperado, siempre y cuando parte de la grasa estuviera cristalizada. El efecto del temperado varió dependiendo de la concentración de leche descremada, almidón

lipofílico y grasa vegetal. El incremento de la consistencia estuvo asociado a una disminución de la estabilidad, lo que se reflejó en el clarificado de la mayoría de las emulsiones.

## Referencias

- Aceitera. (2012). Recuperado el 10 de enero de 2012 de <http://www.aceitera.com.mx>.
- Arboleya, J., Ridout M. J. & Wilde P. J. (2009). Rheological behaviour of aerated palm kernel oil/water emulsions. *Food Hydrocolloids*, 23, 1358-13.
- Aubero N. & Monterrer A. (2002). "Tecnología de alimentos: aditivos alimentarios". España. Ed. Mundi Prensa.
- Barfod N. M., Krog N., Larsen G. & Buchheim W. (1991). Effects of emulsifiers on protein-fat interaction in ice cream mix during aging. *Fett Wissenschaft Technologie-fat Science Technology*, 93, 24-35.
- Boode K. (1992). Partial Coalescence in oil-in-water emulsions. (Tesis doctoral). Agricultural University, Wageningen.
- Boode, K., Bisperink, C. & Walstra, P. (1991). Destabilization of o/w emulsions containing fat crystals by temperature cycling. *Colloids and Surfaces*, 61, 55-74.
- Boode, K. & Walstra, P. (1993a). Partial coalescence in oil-in-water emulsions. 1 Nature of the aggregation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 81, 121-137.
- Boode, K. & Walstra P. (1993b). Partial coalescence in oil-in-water emulsions. 2 Influence of the properties of the fat. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 81, 139-151.
- Cargill. (2012). Recuperado el 11 de abril de 2012 de [www.cargill.com.mx](http://www.cargill.com.mx).
- Casas, A. N, (2012).Apuntes de textura. UNAM. Fes Cuautitlán.
- Cilas (2012). Particle size analyzer Cilas 920, 930e, 1064 and 1180, user manual. Recuperado el 12 de mayo de 2012 de <http://www.particle-size-analyzer.com>.

- Davies E., Dickinson E., Bee R. D.(2001) Orthokinetic destabilization of emulsions by saturated and unsaturated monoglycerides. *International Dairy Journal*, 11, 827-836
- Dickinson, E. (1993). Protein-polysaccharide interactions in food colloids. *Food Colloids and Polymers Stability and Mechanical Properties*. En: E. Dickinson & P. Walstra (Eds). Elsevier Science LTD, Inglaterra, 77-83.
- Dickinson E. (2001). Milk protein interfacial layers and the relationship to emulsion stability and rheology. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 20, 197-210.
- Dokic, L., Krstonosic, V. & Nikolic, I. (2012). Physicochemical characteristics and stability of oil- in-water emulsions stabilized by OSA starch, *Food Hydrocolloids*, 29 (1), 185-192.
- Emcap. (2012). Recuperado el 22 de marzo de 2012 de [http://emcap/para\\_emulsificacion/encapsulacion.com](http://emcap/para_emulsificacion/encapsulacion.com)
- Fennema O, R. (1982). *Introducción a la Ciencia de los Alimentos*. España. Ed. Reverte.
- Fredrick, E., Walstra P. & Dewettinck K. (2010). Factors governing partial coalescence in oil-in-water emulsions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 153, 30-42.
- Formulation.(2013).Recuperado el 13 de agosto de 2013 de <http://www.formulation.com>.
- Giermanska J., Thivilliers F., Backov R., Schmitt V., Drelon N. & Leal-Calderon F. (2007). Gelling of oil-in-water emulsions comprising crystallized droplets. *Langmuir*. 23, 4792-4792.
- Golemanov K., Tcholakova S., Denkov N.D. & Gurkov T. (2006). Selection of surfactants for stable paraffin-in-water dispersions, undergoing solid–liquid transition of the dispersed particles. *Langmuir*. 22, 3560-3569.

- Gravier, E., Drelon, N., Boisserie, L. A. Omari & Leal-Calderon, F. (2006). Consolidation of foams deriving from emulsions by temperature cycling (“tempering”). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and engineering aspects*, 360-368.
- Grupo lamesa.(2013). Recuperado el 12 de enero de 2013 de <http://www.grupolamesa.com>.
- Gunasekaran, S. & Ak, M. M. (2000). Dynamic oscillatory shear testing of foods selected applications. *Trends in Food Science & Technology*, 11, 115-127.
- Heertje I. (1993). Microstructural studies in fat research. *Food Structure*, 12, 77-94.
- Hinrichs J. & Kessler H. (1997). Fat content of milk and Cream and effects on fat globule stability. *Food Science*, 62, 992-995.
- Huck-Iriart, C., Álvarez-Cerimedo, M. S., Candal, R. J. & Herrera M. L. (2011). Structures and stability of lipid emulsions formulated with sodium caseinate. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 16, 412-420.
- Krstonosic, V., Doric, L. & Milanovic, J. (2011). Micellar properties of OSA starch and interaction with xanthan gum in aqueous solution. *Food Hydrocolloids*, 25, 361-367.
- Leal-Calderon, F., Thivilliers, F. & Schmitt, V. (2007). Structured emulsions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 12, 206–212.
- Márquez, A. L., Palazolo, G.G. & Wagner, J. R. (2005a). Emulsiones tipo crema preparadas con leche de soja 1: Estudio de estabilidad y determinación de las formulaciones. *Grasas y Aceites*, 56 (1); 59-66.
- Márquez, A. L., Palazolo, G.G. y Wagner, J.R. (2005b). Emulsiones tipo crema preparadas con leche de soja 2: Efecto de la agitación controlada sobre la reología de las cremas. *Grasas y Aceites*, 56 (2), 89-95.

- Márquez, A. L., Palazolo, G.G. y Wagner, J. R. (2005c). Emulsiones tipo crema preparadas a base de leche de soja 3: Efecto de ciclos de temperatura. *Grasas y Aceites*, 56 (3); 182-187.
- Matalanis, A., Jones, O. G. & McClements, D. J. (2011). Structured biopolymer-based delivery systems for encapsulation, protection, and release of lipophilic compounds. *Food Hydrocolloids*, 25, 1865-1880.
- McClements, D.J. (1999). "Food Emulsion: Principles, Practice ad Techniques". EUA. Ed. CRC. Press.
- Miura S., Mutoh T., Shiinoki Y. & Yoshioka T. (2006). Emulsifying properties of phospholipids in the reconstitution of cream butter oil. *European Journal of lipid science and technology*. 108, 898-903.
- Miura S., Tanaka M., Suzuki A. & Sato K. (2004). Application of phospholipids extracted from bovine milk to the reconstitution of cream using butter oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 81, 97-100
- Miura S., Yamamoto A. & Konishi H. (2002). Effect of agglomeration of triacylglycerols on the stabilization of a model cream. *European Journal of Lipid Science and technology*. 104, 222-227.
- Muñoz, J., Alfaro M. C & Zapata I. (2007). Avances en la formulación de emulsiones. *Grasas y Aceites*, 58(1); 64-73.
- Mutoh, T.A, Nakagawa, S., Noda, M., Shiinoki, Y. & Matsamura, Y. (2001). Relationship between characteristics of oil droplets and solidification of thermally treated creams. *Journal of American Oil of Chemists' Society*, 78, 177-183.

- Mutoh, T. A., Kubouchia, H., Noda, M., Shiinokia, Y. & Matsumura Y. (2007). Effect of oil-soluble emulsifiers on solidification of thermally treated creams. *Journal of American Oil of Chemists Society*, 17, 24-28.
- Norma CODEX STAN 288-1976 Norma del Codex para las natas (cremas) y las natas (cremas) preparadas.
- Norma Mexicana NMX-F-731 COFOCALEC-2009, Sistema producto leche alimentos-lácteos-crema y crema con grasa vegetal. Denominaciones, especificaciones y métodos de prueba.
- Norma Oficial Mexicana NOM-243-SSA1-2010, Productos y servicios. Leche, fórmula láctea, producto lácteo combinado y derivados lácteos. Disposiciones y especificaciones sanitarias. Métodos de prueba.
- Oleico. (2013). Recuperado el 11 de octubre de 2013 de <http://www.oleico.com>.
- Oortwijn, H. & Walstra, P. (1982). The membranes of recombined fat globules 4. Effects on properties of recombined milk. *Netherlands Milk and Dairy Journal*. 36, 279-290
- Pelan B. M. C., Watts K. M., Campbell I. J. & Lips A. J. (1997). The stability of aerated milk protein emulsions in the presence of small molecule surfactants. *Journal of Dairy Sciencie*. 80, 2631-2638.
- Picout, D. R & Ross-Murphy. (2003). Rheology of biopolymer solutions and gels. *The Scientific World Journal*, 3, 105-121.
- Raharitsifa, N., Genovese D. B. & Ratti, C. (2006). Characterization of apple juice foams for foam- mat drying prepared with egg white protein and methylcellulose. *Journal of food science. E:Food engineering and physical properties*,71(3), 142-151.

- Raymundo, A., Empis, J., Sousa I., Gallegos C. & Franco J.M. (2001). Influencia de la relación proteína de altramuz/tensioactivo en las propiedades de flujo y texturales de emulsiones aceite en agua. *Grasas y Aceites*, 52, 235-240
- Relkin P., Ait-Taleb A., Sourdet S. & Fosseux P.Y., (2003). Thermal behavior of fat droplets as related to adsorbed milk proteins in complex food emulsions. *Journal of the American Oil Chemists' Society*.80, 741-746.
- Relkin P., Sourdet S., Fosseux P.Y. (2003). Fat crystallization in complex food emulsions: Effects of adsorbed milk proteins and of whipping process. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 71, 187-195.
- Riego, B & Gómez, C. (1988). Química-física interfacial de emulsificantes alimentarios. Parte 1.Solubilidad e interacción con medios acuosos. *Grasas y Aceites*, 39, 44-51.
- Rodríguez J. M. & Pilosof A. (2011). Protein polysaccharide interactions at fluid interfaces. *Food Hydrocolloids*. 25, 1925-1937.
- Smith, A. K., Goff, H. D. & Kakuda Y. (2000). Microstructure and rheological properties of whipped cream as affected by heat treatment and addition of stabilizer. *International Dairy Journal*, 10, 295-301.
- Sourdet S., Relkin P., Fosseux P.Y. & Aubry V. (2002). Composition of fat protein layer in complex food emulsions at various weight ratios of casein to whey proteins. *Lait*. 82, 567-578.
- Steffe, J. F. (1992). *Rheological Methods in Food Process Engineering* , USA: Ed Freeman Press.
- Tesch, S., Gerhards, C. & Schubert, H. (2002). Stabilization of emulsions by OSA starches. *Journal of Food Engineering*, 54, 167-174.



Thivilliers F., Drelon N., Schmitt V. & Leal-Calderon F. (2006). Bicontinuous emulsion gels induced by partial coalescence: Kinetics and Mechanism. *Europhysics Letters*, 76, 332.

Vega, C. (2006). Diseño de microestructura de crema batida. *Mundo Lácteo y Cárnico*, 6, 12-18.

Wong, D.W.S. (1995). *Química de alimentos: Mecanismos y teoría*. España. Ed. Acribia.