

Rej. 53



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**

**CORRELACION DE DIFERENTES METODOS DE  
ENCAPSULAMIENTO DE ACIDOS ORGANICOS  
PARA LA INDUSTRIA ALIMENTARIA**



**EXAMENES PROFESIONALES  
FAC. DE QUIMICA**

**TESIS MANCOMUNADA**

**P O R :**

**BLANCA PATRICIA GUTIERREZ CABRERA  
JOSE ALFREDO CAMAS ESPINOSA**

**Q U E P R E S E N T A N :  
PARA OBTENER EL TITULO DE:  
QUIMICO FARMACEUTICO BILOGO**



**MEXICO, D. F.**

**1987**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **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 está 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.

## CONTENIDO

	Pág.
<b>CAPITULO I</b>	
INTRODUCCION.....	1
Consideraciones Generales.....	2
A. Material del Núcleo.....	2
B. Sustancias de Recubrimiento.....	3
C. Tratamiento posterior de las Microcápsulas....	4
D. Control de liberación del Material Núcleo.....	4
Procedimientos de Microencapsulación.....	5
1.1 Recubrimiento en Bombo.....	7
1.2 Secado por Atomización.....	9
1.3 Microencapsulación en Lecho Fluidizado Modificado Tipo Würster.....	11
1.4 Microencapsulación por Coacervación.....	13
<b>CAPITULO II</b>	
ANTECEDENTES.....	18
<b>CAPITULO III</b>	
OBJETIVOS.....	26
<b>CAPITULO IV</b>	
JUSTIFICACION.....	27
<b>CAPITULO V</b>	
DISEÑO EXPERIMENTAL.....	33
5.1 Criterios de Selección para Pruebas Tentativas.....	33

	Pág.
5.2 Aplicación en Equipos de Secado para la obtención de Microencapsulados.....	41
Cuadro General de Trabajo del Diseño Experimental.....	56
Porcentaje de Acidez Titulable Observando el Grado de Liberación de Acido.....	57
Obtención de Microencapsulados a Nivel Laboratorio.....	57
Obtención de Microencapsulados en Equipos de Secado.....	58
Determinación del Porcentaje de Acido Ascórbico Presente.....	58
Cuadro de Reporte Final de Trabajo.....	59

## CAPITULO VI

MÉTODOS Y MATERIALES.....	60
---------------------------	----

## CAPITULO VII

RESULTADOS.....	63
-Acido Cítrico: Grenetina.....	66
Maltodextrinas .....	74
Carboximetil Celulosa.....	81
Goma Arábiga.....	83
-Acido Fumárico: Grenetina.....	91
Carboximetil Celulosa.....	108
Maltodextrinas .....	109
Goma Arábiga.....	110
-Acido Ascórbico: Grenetina.....	112
Goma Arábiga.....	115

	Pág.
Carboximetil Celulosa.....	120
Maltodextrinas .....	124
-Acido Adípico: Grenetina.....	127
Carboximetil Celulosa.....	128
Goma Arábiga.....	129
-Acido Fosfórico: Grenetina.....	130
Maltodextrinas .....	132
Tabla 7.1.....	135
Tabla 7.2 (a).....	136
Tabla 7.2 (b).....	136
Tabla 7.3.....	137
Tabla 7.4.....	138
Tabla 7.5.....	139
Tabla 7.6.....	140
Tabla 7.7.....	141
 <b>CAPITULO VIII</b>	
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	142
 <b>BIBLIOGRAFIA.....</b>	 153

## CAPITULO I

### INTRODUCCION

La microencapsulación es una técnica que se viene empleando con creciente interés en diversos campos de la tecnología, la cual consiste en la aplicación de una cubierta delgada sobre pequeñas partículas de sólido, gotitas de líquido o de dispersiones, con el objeto de proteger algunos materiales, separarlos o facilitar su almacenamiento y manipulación. También puede tener por finalidad provocar el control de liberación de la sustancia recubierta en condiciones particulares o en forma diferida o prolongada. Estas condiciones necesarias para el control de liberación, pueden ser, la humedad, el pH, o la combinación de ellas.<sup>17,8,12</sup>

Las partículas que se recubren en la microencapsulación tienen un tamaño que varía entre unas pocas y aproximadamente 200 micras; sin embargo algunos autores reportan tamaño de partículas del orden de las 5 000 micras.

La microencapsulación se emplea con el objeto de modificar algunas propiedades físicas de líquidos o sólidos, ya sea para protegerlos o para hacerlos más manejables. Con esta técnica se pueden convertir sustancias líquidas en productos sólidos, se proporciona cubierta a sustancias alterables, es posible controlar la liberación como así modificar algunas propiedades coloidales y superficiales de las sustancias que se recubren. Permite además, mezclar y almacenar en forma conjunta, -

sustancias que reaccionan o que son incompatibles entre sí. También se emplea para enmascarar las características volátiles de algunas sustancias o para enmascarar el mal sabor y/o mal olor.

### Consideraciones Generales.

La microencapsulación comprende un grupo bastante heterogéneo de procedimientos, y emplea técnicas y materiales muy diversos. Un análisis breve de algunas de las características de los componentes y de las técnicas comunmente más usadas en el recubrimiento de las partículas es el siguiente:

#### A. Material del Núcleo.

El material del núcleo está constituido por partículas sólidas o por pequeñas gotas de líquido. En muchas ocasiones se requiere el tratamiento previo del material. En el caso de los productos sólidos puede ser necesario seleccionar el tamaño de las partículas, o efectuar de ser posible transformaciones en su forma, por ejemplo de esfera. En ciertos casos puede ser necesario el empleo de coadyuvantes tales como estabilizadores, antioxidantes, diluyentes, excipientes, y retardadores o aceleradores de liberación. En el caso de los líquidos en algunas ocasiones se efectúan operaciones de dispersión o emulsificación. El tratamiento previo al cual debe someterse el núcleo, como así mismo la técnica a emplear en este tratamiento, son de mucha importancia ya que

pueden influir poderosamente en el comportamiento del producto en el preparado final.

#### B. Sustancias de Recubrimiento.

En la selección de los materiales que se van a utilizar para el recubrimiento es importante considerar las características del producto final. Por ejemplo, si se trata de proteger el núcleo de la acción del vapor de agua o que la cubierta resista la acción extractiva del agua, ésta deberá ser de naturaleza hidrófoba para que proporcione una adecuada barrera protectora.

La película de recubrimiento tiende a seguir el contorno y la forma exterior del núcleo, por esto debe adherirse firmemente a él. También son propiedades importantes de la cubierta la flexibilidad, la fuerza o resistencia, la permeabilidad y facilidad de aplicación.

Junto con el material formador de la película, suelen emplearse algunas otras sustancias tales como colorantes, <sup>17 22</sup> plastificantes, etc.

La película de recubrimiento tiende a ser muy delgada ya que generalmente las partículas que se recubren son de pequeño tamaño. Su continuidad es de mucha importancia y aún las más pequeñas alteraciones pueden hacer variar las características de control de liberación del material incluido en el núcleo.

### C. Tratamiento posterior de las Microcápsulas.

En muchas ocasiones, una vez obtenidas las microcápsulas por cualquier procedimiento, es necesario someterlas a un procedimiento posterior en orden a lograr las cualidades requeridas por el producto. En esta etapa generalmente se logra una mayor dureza de la película y consiste en someter el producto a tratamientos físicos y químicos. Por ejemplo, microcápsulas en las que se utiliza gretina como material de recubrimiento, se suelen tratar con soluciones de formaldehído en condiciones de pH y temperatura apropiadas con el objeto de conseguir el endurecimiento de la cubierta. En otras ocasiones, el uso de algunos líquidos apropiados provocan una deshidratación y la consolidación del recubrimiento. Cuando la cubierta está formada por un polímero, esta puede endurecerse tratándola con alguna sustancia en la que la película no se disuelva. En algunas ocasiones es necesario someter las microcápsulas a un tratamiento térmico para estabilizar y dar las características adecuadas a la película. También puede ser necesario adicionar a la cubierta algunas sustancias que actúan como antiadherentes, evitando que las partículas se junten y permitiendo su flujo libre.<sup>1722</sup>

### D. Control de liberación del Material Núcleo.

Para que el material del núcleo sea liberado, es necesario que la microcápsula se someta a algunas condiciones particulares que promuevan la liberación. Estas condiciones pa

ra el control de liberación pueden depender de la humedad, el pH, la presión de la fuerza que se ejerza sobre ellas o por combinación de estos factores. Por su parte el mecanismo para el control de liberación puede depender de la extracción del núcleo desde el interior de la erosión de la cubierta, ruptura de ella, presión, fusión o disolución del material de recubrimiento, dependiendo del producto de que se trate y de la aplicación a que se destina.

#### Procedimientos de Microencapsulación.

Se ha descrito una cantidad muy grande de procedimientos de microencapsulación que se basan en principios muy diversos, que van de los tradicionales, que se efectúan por recubrimientos mecánicos, hasta métodos químicos complicados que dependen de factores muy precisos. La selección del método, que no es una tarea fácil, se deben considerar varios factores tales como si el núcleo es sólido o líquido, sus características de solubilidad, miscibilidad, dispersibilidad, las propiedades del núcleo en relación con las sustancias que van a ser utilizadas como materiales de recubrimiento y las eventuales interacciones que pueden producirse entre ellos. También es necesario tomar en cuenta el tamaño de la microcápsula, la manera como se une la película al núcleo, las características de producción y la economía del proceso.<sup>22</sup>

La tecnología de la microencapsulación se puede resumir en dos tipos de procesos, el químico y el físico; el proceso

químico se efectúa en un medio líquido para realizar una fase de separación, y el proceso usa material de cobertura fluido que es retenido por varios medios después de la formación de la cápsula. Tales métodos son muy eficientes y permiten la -- formación de la cobertura por medio de varios polímeros sinté-- ticos, gomas naturales, ceras, resinas, además de sistemas -- multicomponentes.

El método para el endurecimiento de la cobertura si es -- necesario depende de la formulación seleccionada. El endureci-- miento puede realizarse por una reacción química, por enfriam-- tamiento, con extracción con solvente o evaporación de este, o por combinación de todos los métodos. El endurecimiento por -- una reacción química, puede ser ejemplificado por un sistema de encapsulamiento envolvente en una cobertura acuosa de algi-- nato de sodio, el cual fue recibido en un baño acuoso de clo-- ruro de calcio que rápidamente convierte el alginato en una -- sal insoluble de calcio.

El endurecimiento por deposición húmeda debe ser aplica-- do para formulaciones de cobertura conteniendo un látex y un agente gelificante químico, tal como el alginato de sodio a -- una sal insoluble, la deposición húmeda deberá producirse co-- mo una película polimérica continua. La formulación de cober-- tura fundida puede ser endurecida tan solo por enfriamiento y así ofrecer la ventaja de simplificación y evitar los requeri-- mientos para el equipo en el auxilio del secado o recupera-- ción del solvente que acompaña al uso de soluciones de

cobertura o látex.

Cuando el material a ser encapsulado es un sólido, el mejor método es preparar un jarabe del material finamente dividido en un medio líquido, y posteriormente proceder como en la encapsulación de un líquido. En algunas ocasiones puede también encapsularse un sólido en estado fundido.

### I.1 Recubrimiento en Bombo (Procedimiento de Pan Coating).

El procedimiento de recubrimiento en bombo<sup>17</sup>, es una de -- las técnicas más antiguas empleadas en la Industria Farmacéutica para la fabricación de comprimidos cubiertos, mientras que en la Industria Alimentaria se ha empleado principalmente en procesos de confitería. En la microencapsulación se utiliza un procedimiento en todo similar a la cobertura, con la sola diferencia que el material a recubrir se encuentra en forma de pequeñas partículas de tamaño aproximadamente entre 100 y 600 micras.

El tamaño del núcleo puede ser seleccionado mediante una tamización del material a recubrir, posteriormente los granulos son colocados en el bombo para que le sea aplicada la solución de recubrimiento. Para aplicar la solución de recubrimiento se pueden seguir dos caminos, el primero es adicionarlo en capas de solución, y el segundo es por medio de una atomización de la misma mientras los núcleos giran en el interior del bombo. Al igual que en el proceso de cobertura, las capas de recubrimiento se alteran con la aplicación de aire - -

frío o caliente con el objeto de evaporar el solvente que sirve como vehículo a la sustancia formadora de la cápsula. De esta manera, sobre los núcleos se deposita el material de recubrimiento en forma de fina película.

Como es de suponer, el bombo debe tener características adecuadas que permitan efectuar el proceso con un buen rendimiento y eficacia. Estas características se refieren en -- cuanto a diseño del equipo, ángulo de inclinación del bombo, ángulo al que debe aplicarse el asperjado de la solución de cobertura, las revoluciones por minuto a que deberá girar el bombo, y otras inherentes al proceso como son la temperatura tanto del aire de secado (de entrada y salida) como la de la aplicación de la solución de cobertura, cantidad de cobertura a aplicar y el tiempo entre cada aplicación dependiendo de la cantidad que se desee recubrir.

Los bombos se construyen de metal, en general de acero inoxidable; los hay de cobre, preferido dado que el material debe ser buen conductor del calor. Como los metales pueden perjudicar los núcleos e incluso mancharlos, se aísla siempre la pared. Para ello, al comienzo de las operaciones, se pinta la pared interna con una solución de laca o de plástico, - secándose luego cuidadosamente por inyección de aire caliente y rotación.

Los bombos pueden variar en su forma; los hay en forma - de peras, manzanas, cebollas, esféricos, poligonales, etc.

Así como también se les ha equipado con costillas internas - para facilitar la remoción de los gránulos y así conseguir - una más rápida y mejor evaporación del solvente.

## I.2 Secado por Atomización.

El secado por atomización consiste, en el bombeo de un fluido a través de una esprea que gira a gran velocidad, con esto se consigue disgregar el líquido en finas gotas que chocan contra una corriente de aire o de gas calentado, provocando debido a la gran superficie expuesta, la inmediata evaporación del agua. De esta manera es posible obtener productos en polvo a partir de alimentos que no pueden ser expuestos mucho tiempo a temperaturas altas. El mismo principio - se aplica en el procedimiento de microencapsulación que ocupa esta metodología y este tipo de equipos. Consiste en líneas generales en atomizar el que se encuentra en estado líquido (ya sea como solución o como dispersión) en forma de finas gotas sobre una corriente de gas calentado. Cuando las pequeñas gotas del líquido toman contacto con el gas a mayor temperatura, se produce una rápida evaporación del solvente formándose una fina película del material de recubrimiento - que se encuentra disuelto en él.<sup>10, 13, 11, 14</sup>

Un equipo de secado por atomización se compone esencialmente de un sistema de alimentación del líquido, un dispositivo de atomización (que por lo general consiste en un disco que gira a gran velocidad), una cámara de atomización, y un sistema colector del producto seco.

Para efectuar la microencapsulación, el material de recubrimiento se disuelve en un solvente adecuado y en esta solución se dispersa la sustancia, sólida o líquida, que va a servir como núcleo. La dispersión al estado líquido, preparada en estas condiciones, se introduce en la cámara de atomización en contra corriente de aire. El aire caliente proporciona el calor de evaporación requerido para la remoción del solvente, produciéndose en esta forma la microencapsulación.

Las partículas sólidas se microencapsulan sometiendo a un secado por atomización una suspensión o solución de ellas en el agente de recubrimiento envuelve las partículas.

Los líquidos oleosos pueden microencapsularse efectuando primero una emulsificación de ellos en una solución acuosa del agente de recubrimiento, y sometiendo los posteriormente, al proceso de secado por atomización. En este caso al producirse la evaporación del agua, las gotitas de aceite son microencapsuladas por el material formador de la película.

El producto que se obtiene por este procedimiento está constituido por microcápsulas de forma aproximadamente esférica y de un tamaño que varía entre 5 a 600 micras que casi siempre presenta una cubierta porosa. Por esta razón, cuando se procesan materiales por este método es necesario emplear una baja proporción del núcleo, ya que, para asegurar

una adecuada protección, es necesario que la cubierta ocupe un porcentaje importante de la microcápsula total. En el caso de aceites volátiles se recomienda que el núcleo no represente más del 20% del total de la microcápsula.

### I.3 Microencapsulación en Lecho Fluidizado Modificado Tipo Würster.

En este procedimiento la microencapsulación se produce al suspender las pequeñas partículas sólidas que forman al núcleo en un lecho de aire, u otro gas, al mismo tiempo que se dispersa sobre ellas, en forma de fina lluvia, una solución del material de recubrimiento. La película se -- forma por evaporación del solvente el cual a su vez, lo re mueve el aire o el gas que abandona el sistema. <sup>21,22,23</sup>

Este procedimiento lo modificó inicialmente Würster. El aparato en que se lleva a cabo, se denomina cámara de -- Würster y consiste en una columna vertical, estrecha en la parte inferior y más ancha en la superior. La microencapsulación se realiza introduciendo una corriente de aire -- desde el fondo; la velocidad del aire en la parte más estrecha de la columna es considerable, de tal manera, que -- las partículas que van entrando en esta zona, son de inmediato levantadas hacia la parte superior. En la parte más ancha de la columna, la velocidad del aire disminuye notablemente haciendo que el aire no sea capaz de sostener las partículas en suspensión, provocando la caída de estas ha-

cia la zona central o región de trabajo. La velocidad de la corriente en la zona de trabajo puede ser regulada mediante toberas colocadas a una cierta altura.

La cámara donde se desarrolla el proceso puede construirse de metal, acero inoxidable, vidrio o plástico. En su parte inferior, se encuentra una malla o tamiz inclinado, que recibe la alimentación del material a recubrir en la parte inferior del plano inclinado. Por debajo de la malla se encuentra un sistema que inyecta aire a determinada presión. También en la parte inferior se encuentran algunos dispositivos de calefacción que permiten dar al aire la temperatura deseada.

El material de recubrimiento se inyecta en forma de fina atomización en el interior de la cámara y en una posición inmediatamente debajo de la región de trabajo de la columna, sin embargo su ubicación puede ser variada de acuerdo a las necesidades del trabajo.

Para efectuar el recubrimiento, se introducen las partículas en la parte alta de la malla que se encuentra dentro de la columna; allí las toma inmediatamente la corriente de aire que viene desde el fondo y las levanta hasta la zona de trabajo, donde adquieren un movimiento de turbulencia particularmente adecuado para efectuar el recubrimiento. Se inyecta a continuación la solución del material formador de la película finamente atomizado, el cual se va depositan-

do sobre las partículas y construyendo sobre ellas la cubierta. Cuando las partículas alcanzan un cierto grado de recubrimiento, sobrepasan el peso que soporta la columna de aire y caen sobre la malla, deslizándose en el plano inclinado hacia la zona de salida donde pueden retirarse.

El grosor de la cubierta de los microgránulos y las características del producto final, dependen en forma importante del tamaño de las partículas de partida, concentración de la solución de recubrimiento, naturaleza del solvente utilizado para disolver el material que forma la película, velocidad de atomización, y la velocidad y temperatura de aire que se aplica durante el proceso.

La microencapsulación por recubrimiento en el lecho fluidizado se aplica para el recubrimiento de numerosas sustancias en la Tecnología de Alimentos.

#### 1.4 Microencapsulación por Coacervación.

La coacervación es un procedimiento relativamente nuevo, es un fenómeno que está asociado con las sustancias coloidales. Un sistema coloidal está constituido por dos fases, una líquida continua y otra altamente dispersa en el líquido, formando partículas de tamaño entre 0.001 a 0.5 micras. En algunas ocasiones, la modificación de algunas características, en un sistema coloidal, tales como cambio en el pH o la adición de una sal, puede disminuir la solubilidad de la macromolécula, provocando su separación en una nueva fase. De mane-

ra que pueden distinguirse, en este sistema, dos zonas, una rica en sustancia coloidal y la otra que contiene una baja - porción de la macromolécula. En la fase rica en coloide, la macromolécula puede quedar constituyendo una fase en forma - de pequeñas gotas al estado líquido. Este fenómeno se deno - mina coacervación y las pequeñas gotas forman el estrato lí - quido llamado coacervato. Cuando se forma el coacervato y - en condiciones favorables, este puede producir la microencap - sulación de pequeñas partículas sólidas o gotas de líquido - que se encuentran en la interfase.<sup>17, 22</sup>

La coacervación se ha definido como la separación de un sólido liófilo en forma de gotas líquidas en vez de consti - tuir agregados sólidos. El término se ha introducido en la química de los coloides para describir la floculación o sepa - ración de líquidos desde una solución en la cual al menos uno de los líquidos contenía un soluto coloidal.

Se distinguen dos tipos de coacervación, la denominada - coacervación simple y la coacervación compleja. La coacerva - ción simple ocurre cuando el sistema contiene solamente una - sustancia coloidal como soluto, mientras que la coacervación compleja se produce en sistemas que contienen más de un co - loide.

La coacervación simple se produce cuando al coloide se - le adicionan sustancias fuertemente hidrofílicas, lo que pro - voca la separación de dos fases, una contiene una alta canti -

dad de la sustancia coloidal y otra muy baja proporción de la misma.

La coacervación compleja se obtiene cuando reaccionan dos sustancias de tipo coloidal produciendo un complejo -- que tiene una solubilidad menor que la de los coloides. -- Un ejemplo característico es cuando reacciona la goma arábiga con la grenetina en condiciones apropiadas. La goma arábiga posee la carga negativa y se encuentra en un medio con la grenetina cargada en forma positiva, se produce una interacción entre ambas, provocandose la separación de fases y la formación de un coacervato. En este caso, la coacervación compleja es muy dependiente del pH, puesto que -- para que la interacción se produzca en buenas condiciones, es necesario que la grenetina se encuentre cargada fuertemente positiva, y esto ocurre cuando el pH de la solución está por debajo del punto isoeléctrico.

Para poder efectuar la microencapsulación por coacervación es necesario que, una vez producida la separación -- de fases, se encuentre en la interfase el material formador del núcleo para que el polímero se deposite formando -- una película sobre él.

Esto ocurre si el polímero es capaz de absorberse en la interfase formada entre el núcleo y la fase líquida del sistema.

Como se indica anteriormente, la separación de fases y - la formación de coacervatos se puede efectuar provocando algunos cambios en el sistema coloidal. Estos pueden referirse - ya sea a reducción de la solubilidad del coloide en el líquido que actúa como fase continua, o bien a la introducción de algunas sustancias capaces de reaccionar con el polímero. La separación de fases puede lograrse también aprovechando la diferente solubilidad que presenta, en un solvente determinado, la sustancia coloidal que se utiliza como agente de recubrimiento.

La separación de fases con formación de coacervatos puede conseguirse también, adicionando al sistema que contiene - el material de recubrimiento disuelto, un solvente en el cual la sustancia formadora de película sea insoluble, o una sal - que provoque la precipitación. <sup>1722</sup>

El desarrollo de la microencapsulación por coacervación puede resumirse en cuatro etapas esenciales.

a) Preparación de un sistema en el que un vehículo líquido contienen el material de recubrimiento (una sustancia de tipo coloidal) como fase continua, y el material que va a encapsularse (núcleo), se encuentra como fase dispersa.

b) Modificaciones de las características de dispersión del coloide para producir la separación de fases.

c) Depósito del líquido coloidal en forma de una membrana continua sobre el material que constituye el núcleo.

d) Endurecimiento de la cubierta depositada sobre el material microencapsulado.

## CAPITULO II

### ANTECEDENTES

La microencapsulación ha tenido variadas aplicaciones - en diversos campos. Se puede considerar que es relativamente nueva sobre todo en el área alimentaria en donde su aplicación es muy reducida y reciente, pues apenas ha empezado a desarrollarse por la necesidad tan grande de mejorar la calidad alimentaria, de prolongar su vida de anaquel; además de <sup>2, 6, 8, 10, 17, 22, 24</sup> diversos beneficios.

Los primeros intentos en practicar la microencapsula- ción se iniciaron en Dayton, Ohio. A finales de los años 30, Barret Green se <sup>22</sup> intrigó por la escasa información existente en el campo de los coloides, principalmente de los líquidos dispersos en sólidos. Desde un principio trató de encontrar si tales sistemas dispersos tenían aplicación para la Indus- tria Fotográfica en la cual trabajaba. Fue en 1940 cuando - se obtuvo el primer trabajo sobre papel que no requería co- piado con carbón.

Posteriormente, en 1942, investigó acerca de los estu- dios sobre la coacervación que efectuaba Burgenberg de Jong. <sup>22</sup> En un artículo se mencionaba la preparación de esferas sóli-das en grenetina. Green utilizó ambos conceptos y preparó - <sup>22</sup> las primeras microcápsulas de grenetina. Nueve años más tarde se obtuvo un producto manufacturable. Este consistía en

el nuevo sistema de impresión que incluía un colorante leuco-derivado dentro de las gotas de aceite y cubiertas con una segunda hoja de papel con arcilla acidificada.

Es a partir de entonces cuando la microencapsulación se convierte en una nueva e importante herramienta para la Industria Química, principalmente para la Industria Farmacéutica - en donde se comercializaron los analgésicos encapsulados por coacervación con la característica de tener un tiempo de liberación determinado; así como también se crearon adhesivos - encapsulados aplicados en la exploración espacial, gasolina - en polvo, cápsulas de martini para rehidratar<sup>8,22</sup>, y muchos otros. En la agricultura se utiliza en algunos insecticidas, fungicidas y en los fertilizantes de cesión lenta. En la Industria Alimentaria las microcápsulas se emplean para mantener la calidad de sustancias grasas, aceites, saborizantes, vitaminas y aromatizantes. Estas liberan el material que contienen durante la preparación del alimento o la ingestión del mismo. En cosmética y perfumería, es también frecuente su uso, como por ejemplo en la aplicación de sustancias odoríferas sobre superficies que entregan el perfume una vez que se ha frotado suavemente. También se emplea para enmascarar el mal sabor, mal olor o bien para reducir las características volátiles de algunas sustancias.

Las aplicaciones en Tecnología Farmacéutica<sup>17</sup> de la microencapsulación pueden puntualizarse en las siguientes:

- a) Fabricación de microgránulos de acción sostenida.
- b) Evitar la evaporación de las sustancias volátiles.
- c) Proteger de la luz y humedad sustancias sensibles a ellas tales como vitaminas A, K, C, etc.
- d) Preparar en un mismo sistema sustancias incompatibles entre sí, por ejemplo, comprimir tabletas con simples sustancias que pueden reaccionar.
- e) Enmascara el mal olor y mal sabor de algunos medicamentos facilitando su inclusión en formas farmacéuticas, tales como comprimidos o suspensiones.

En una Industria tan separada de las anteriores como es la aviación<sup>22</sup> se pudo obtener por medio de la microencapsulación un material cuyas características aportan al mismo tiempo la de un anticorrosivo y la de un agente sellante, para realizar en una sola etapa la fijación y protección de los paneles metálicos exteriores. Más recientemente el mismo concepto ha sido aplicado en la fabricación de automóviles, los pernos -- son recubiertos con cápsulas que contienen un adhesivo el -- cual se libera durante la instalación provocando un fuerte enlance que libera del ruido por vibración del automóvil.

Por otro lado, los científicos ya conocían de mucho tiempo los cristales líquidos (cloresterólicos) cuyas características son las de manifestar un cambio de color con la temperatura y variando la proporción de diferentes esteres cloresterólicos en una mezcla, la temperatura a la cual ocurrirá el cambio de color puede ser variada y seleccionada. La encapsu

lación de estos líquidos con una pared plástica oscura solucionaba dos problemas. Primero se evita el apelmazamiento -- del cristal pues a temperatura ambiente adquieren una consistencia semisólida y segundo que estos líquidos son fácilmente afectados en su comportamiento por impurezas, disminuyendo la estabilidad térmica de su estructura perdiendo así capacidad para el cambio de color. Estos cristales líquidos encapsulados han encontrado aplicación en la Medicina para conocer cam bios de temperatura en la piel humana y que son característicos de algunas enfermedades. También se han aplicado para el control de paneles de aeroplanos, termómetros de escritorios, albercas, etc.

En el campo de la medicina la microencapsulación de carbón activado fue utilizada para la obtención de un mejor hemo dializador, de esta forma la pared capsular funcionaba como - membrana semipermeable que facilita la retención de las toxinas uréicas así pacientes que eran tratados por este método - dos horas permanecían tan bien como los que eran tratados durante seis o diez horas por el hemodializador tradicional. Estas propiedades de membrana también se han aplicado en otros problemas bioquímicos tales como sistemas enzimáticos hereditarios, en donde la enzima faltante es encapsulada y así sumi nistrada al organismo en cantidades precisas controladas para liberarse en el sitio adecuado.

Como se dijo al principio de este capítulo la agricultura se ha visto favorecida con los fertilizantes microencapsu-

lados pues así se evita que los microorganismos del suelo consuman parte del alimento que le hace falta a la planta; además estas cápsulas de fertilizantes pueden contener otras como son los estimuladores de crecimiento, insecticidas sintéticos, etc. La microencapsulación en este caso es efectuada -- por medio de un lecho fluidizado modificado.<sup>7,21,23</sup>

En este mismo campo la encapsulación de insecticidas como el DDT que es de persistencia peligrosa para el humano o bien uno de alta toxicidad pero de limitada resistencia como son los insecticidas organofosforados, evitó las aplicaciones frecuentes de dosis excesivas para evitar su degradación ambiental y obtener el efecto deseado. Dentro de estos encapsulados se puede citar el metil paratión con una película de Nylon lo cual le confiere tan sólo el 10% de toxicidad para los mamíferos con respecto al insecticida no encapsulado y se requieren dosis más pequeñas para lograr el efecto deseado. En este tipo de encapsulados se emplean técnicas tales como la coacervación fase de separación o bien la de polimerización <sup>14</sup>interfacial.

Adentrándonos ahora a la tecnología de alimentos la microencapsulación también ha encontrado aquí un enorme campo de acción, tan grande como la imaginación misma. Por ejemplo una aplicación importante e interesante se presentó cuando algunos productos congelados perecederos podían sufrir un des-- congelamiento durante su manejo o almacenamiento provocando -

daño en la textura del alimento. Era entonces muy difícil el garantizar que el producto se mantendría constantemente congelado, hasta que la obtención de un indicador de congelación - deshielo fue obtenido por microencapsulación. Este indicador, denominado IWI, incorpora dos microcápsulas con el núcleo de una sal colorante en solución y una hoja de papel con base para colorear dentro de un cubo de plástico transparente. Por un lado del cubo se tiene un adhesivo de presión con el que se fija a la mercancía a monitorear. Cuando el congelamiento se inicia, la solución del núcleo se expande rompiendo la pared de cera pero quedan los cristales congelados sin que ocurra algún otro cambio mientras dure este estado. En cuanto la temperatura ascienda un poco y licue los cristales, estos reaccionarán con el papel que contiene la base para colorear produciendo una reacción colorida irreversible. Las temperaturas a elegir de estos indicadores en el mercado son: 4,14, y 32° F.

Las mejores tecnologías han hecho posible una línea muy estable de aceites y sustancias químicas saborizantes encapsulados con ciertas ventajas distintivas<sup>3,4</sup>, tales como: mejor protección contra la oxidación con lo que incrementa su vida media; materiales líquidos pueden pasar a sólidos facilitando su manejo; se evitan pérdidas de sabor durante el almacenamiento y liberarlo solo hasta que el agua es adicionada a la mezcla en polvo. Este tipo de encapsulamiento se realiza por medio de un método "mecánico" basado en un proceso de extru--

si3n/cobertura desarrollado en 1950. Este sistema ha sufrido modificaciones, principalmente en el material encapsulante utilizado. Inicialmente el material a encapsular (principalmente aceites c3tricos) se dispersaba en un jarabe con s3lidos de maiz y glicerina, el jarabe conteniendo 42 D E fue sustituido por otro de 20 D E.<sup>6</sup> Adem3s a este 3ltimo se adicion3 - sucrosa y se elimin3 tambi3n la glicerina. Con estos cambios se logr3 una matriz de menor higroscopicidad.

Por otra parte, la encapsulaci3n de diferentes 3cidos org3nicos vino a significar todo un desarrollo para esta t3cnica ya que se utilizaron nuevos agentes de recubrimiento para proporcionar selectividad en su empleo final.<sup>2,20,24</sup> Dentro de estos agentes de recubrimiento se pueden mencionar las malto -- dextrinas, el aceite de soya, aceite de semilla de algod3n -- parcialmente hidrogenado,<sup>1</sup> etc. De esta forma se lograron obtener coberturas que liberaban al n3cleo por fusi3n, disoluci3n, pH, etc. y adem3s aprovechables en diferentes concentraciones de acuerdo a las necesidades que se requieran. Los -- principales 3cidos encapsulados son el c3trico, fum3rico, -- ad3pico, m3lico y l3ctico pues son los acidulantes m3s utilizados y que generan reacciones indeseables adem3s de r3pidas dentro de un sistema alimenticio. La t3cnica de encapsulaci3n empleada es a trav3s de un secador de espreas con previa preparaci3n de una soluci3n entre el 3cido y el encapsulante.<sup>11,18</sup>

Otros ingredientes encapsulados en aceite vegetal hidrogenado son:

**Glucono-Delta-Lactona;** para sistemas de fermentación la encapsulación aumenta la estabilidad del sistema, controla la liberación de la fermentación y mejora la vida de anaquel de productos refrigerados.

**Bicarbonato de Sodio;** encapsulado para productos de fermentación incrementando la flexibilidad del sistema de fermentación químico, evitando su reacción también con otros ingredientes como los ácidos presentes en la mezcla.

**Encapsulación de Vitamina B<sub>1</sub>;** por problemas de degradación durante el almacenamiento y procesamiento.

**Encapsulación de Sulfato Ferroso;** el cual se protege de reacciones indeseables, evitando cambio de color, sabores indeseables, por lo cual su poder de fortificación persiste.

**Encapsulamiento de NaCl;** para evitar higroscopicidad y también que actúe como un ión básico pues provoca apelmazamiento, disolución, y reacciones indeseables en los sistemas alimenticios.

**Encapsulamiento de Vitamina C;**<sup>13</sup> por problemas de degradación en solución, durante el proceso y el almacenamiento.

Entre otras sustancias o ingredientes encapsulados se pueden mencionar; vitamina B<sub>6</sub>, vinagre, sulfato cúprico, ácido málico, fumarato ferroso, cloruro de potasio, citrato de sodio, etc.

### CAPITULO III

#### OBJETIVOS

Los objetivos primordiales considerados como causa para la realización del proyecto de investigación son los siguientes:

a) Obtención de microcápsulas eficaces que proporcionen ventajas tecnológicas en el uso de ácidos orgánicos utilizados en los productos al consumidor como son mayor vida de anaquel, optimización de las características organolépticas, abatimiento de costos, mejora de procesos, empaques, desarrollo de nuevos productos, etc.

b) Correlación de los equipos de secado con las diferentes formulaciones de ácidos orgánicos encapsulados en base al método de microencapsulación, con respecto al rendimiento, accesibilidad, fácil ejecución y eficacia para la obtención de los diferentes microencapsulados.

c) Aplicación de los ácidos orgánicos microencapsulados obtenidos en productos de consumo popular.

## CAPITULO IV

### JUSTIFICACION

Dado que los ácidos tienen gran aplicación en muchos productos alimenticios de consumo popular, existe la necesidad de encapsularlos ya que causan una variedad de problemas en las formulaciones que comprenden y en el medio que les rodea.

Los ácidos orgánicos pueden disminuir el valor sensorial y nutricional, y de vida de anaquel del producto al que acompañan, además de que pueden deteriorar el empaque que los contiene aumentando el daño al producto por la influencia del medio ambiente. Los problemas y limitaciones técnicas han resultado del uso de los ácidos orgánicos, pues los progresos del procesamiento incrementan las expectativas de vida de anaquel ya que es más sofisticada la Ingeniería de Alimentos.

Los ácidos orgánicos son usados en muchas formulaciones alimenticias, pueden modificar sabores, así como improvisar algunas operaciones de procesamiento, acto que ayuda al proceso, especialmente en alimentos térmicamente procesados ayudan a alcanzar una esterilidad comercial.

Actúan como agentes conservadores en formulaciones y procesos. Así como también afectan la calidad de textura de los alimentos por su reacción con diferentes ingredientes, como son gomas, pectinas, etc.

Mientras los ácidos son extremadamente benéficos en for-

mulaciones y procesos alimenticios, también pueden deteriorar la calidad de los mismos si se les permite que reaccionen con otros ingredientes en tiempos inapropiados; los ácidos encapsulados con un tiempo de liberación controlado por parte de la matriz pueden eliminar los efectos del deterioro. A los ácidos se les está permitido que reaccionen con otros ingredientes en los tiempos más expeditos para la producción de una mejor calidad de los alimentos.

Los ácidos orgánicos pueden causar muchos problemas cuando son usados en conjunción con otros ingredientes en sistemas de fermentaciones, cárnicos, o sistemas de almidón. Estos problemas incluyen un decremento en la vida de anaquel del producto, degradación de color y sabor, cambios prematuros de pH. Pero pueden ser resueltos por los mecanismos de tiempos de liberación. Para prevenir la reacción prematura con otros ingredientes, los ácidos son encapsulados en una de las varias matrices, incluyendo aceite vegetal hidrogenado, malto dextrinas, o emulsificantes. Los ácidos encapsulados son liberados en el tiempo deseado durante la operación de procesamiento de los alimentos por varios métodos.<sup>1,2</sup>

En productos alimenticios tales como dulces, se puede prevenir la reacción de degradación oxidativa entre ácidos y colorantes, así aseguramos mantener la uniformidad del color. También el control de la consistencia del sabor es posible por el control de tiempo de reacción del ácido con otros ingredientes. Por medio del control de las propiedades de libe-

ración de los ácidos orgánicos encapsulados, las mezclas de pasteles preparados y productos de masas pueden ser consistente y uniformemente fermentados. Estos aumentan la vida de anaquel de las mezclas preparadas. El ácido es liberado en el tiempo deseado en la preparación alimenticia. Por medio de la encapsulación de ácidos, hay control de higroscopicidad lo cual extiende su vida de anaquel y permite su uso en mezclas preparadas para realzar el sabor. Con el uso de coberturas solubles en agua, bebidas en polvo pueden ser acidificadas después de la adición de agua.

Otras ventajas de la encapsulación, en adición al control de liberación del ácido incluye un alto grado de manejo y fluidez a través de un sistema de proceso que no daña, no se apelmaza el material, existe control del ácido, los ácidos orgánicos encapsulados quedan y persisten secos, no se congrega la mezcla con la humedad del aire y estos persisten de la luz y los cambios de temperatura. No se requieren condiciones especiales de almacenamiento, la acidificación de muchos nuevos productos es posible además que se obtiene mayor estabilidad con los ácidos orgánicos encapsulados.

Los ácidos orgánicos son usados en un amplio rango de formulaciones alimenticias incluyendo bebidas, buenos horneados fermentados, postres, productos de confitería, frutas y vegetales enlatados, productos de cultivos lácteos, y en productos cárnicos y del mar. Dos de los ácidos más comunmente usados en formulaciones alimenticias son el cítrico y el fumá

rico, los mejores usos de estos son como potenciadores, modificadores y preservadores del sabor; ayudan en el procesamiento de los sistemas alimenticios, además se mejora el sabor y la preservación de los alimentos. Por lo tanto se necesita la estabilización y regulación de la liberación de los materiales del núcleo para obtener un aislamiento de los ingredientes químicamente reactivos.

A continuación mencionaremos un amplio número de alimentos en que los ácidos orgánicos pueden ser aplicados.

En bebidas en polvo, buenos horneados alimenticios fermentados, tales como masas refrigeradas, pan y mezclas de pastes preparados, postres de gelatinas, pudines, rellenos de pies, jaleas, conservas de frutas, entremeses, y salsas conteniendo ácidos orgánicos para el control del pH y la temperatura. Dulces duros, fondants, gomas para la formación del sabor y color.<sup>1,2,24</sup>

Los ácidos orgánicos son usados en frutas y vegetales enlatados, cultivos de productos lácteos, postres fríos, tales como, helados y sorbetes, procesamiento de grasas y aceites, y en cárnicos y alimentos del mar.

La apropiada viscosidad de los jarabes de azúcar puede ser obtenida a través de los ácidos orgánicos, así como el cuerpo y la textura del queso cheddar que depende en gran parte de la concentración de los mismos y el pH aportado por los

ácidos orgánicos son usados para la maduración de productos - de quesos procesados. En otros productos lácteos, tales como helados de crema, sorbetes, helados de agua, los ácidos orgánicos actúan como acidulantes, potenciadores de sabor, estabilizantes y emulsificantes. La elasticidad y fermentación de las masas son realizadas a través de los ácidos orgánicos que también eliminan los sabores indeseables en las masas.

Contribuyen a la firmeza de pudines y rellenos de pies a través del ajuste apropiado del pH o acidez. Estos ácidos orgánicos proporcionan el pH óptimo a las formulaciones de geles, jaleas y conservas; también ayudan al extendimiento y sabor. En entremeses y salsas, y especialmente en productos alimenticios, los ácidos orgánicos son usados como potenciadores de sabor y como ingredientes acidulantes. Los pigmentos de las plantas y animales son indicadores del pH natural, la adición de ácidos orgánicos cambiarán el pH de los productos alimenticios, influenciando el color del producto terminado. Frecuentemente los ácidos orgánicos son particularmente usados para mantener el color y el sabor en frutas, vegetales, cárnicos y pescados congelados y enlatados. Son usados de manera similar en dulces, fondants, bebidas, jarabes, y productos similares propios del paladar a través del desarrollo de características apropiadas del acrecentamiento del sabor y de pH.

Los acidulantes conducen fuera el sabor (vivificando las propiedades) y da un sabor fuerte (acidez) a las bebidas car-

bonatadas. El uso de ácidos orgánicos disminuye el pH de los sistemas alimenticios, los cuales cambian incrementando la re sistencia del sistema a la manipulación.

## CAPITULO V

### DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño experimental es una parte fundamental del proyecto. Dependiendo de la forma en que este sea estructurado, de las variables que sean consideradas y del control del mismo, serán los resultados obtenidos.

Para el desarrollo del diseño experimental (ver fig. 5.1) el primer paso es conocer las características y propiedades de las sustancias con las cuales se van a trabajar, como son algunos de los principales ácidos utilizados en la industria alimentaria (ver tabla 5.1) tales como, el cítrico, fumárico, ascórbico, fosfórico y adípico entre otros; además los encapsulantes que pueden recubrirlos como son: gernetina, goma --arábiga, maltodextrinas, carboximetil celulosa, etc. (ver tabla 5.2). Los encapsulantes pueden actuar ya sea para proteger los ácidos (como en el caso del ácido ascórbico), o para proteger otros ingredientes con los cuales van acompañados - dependiendo del tipo de alimento que constituirán en su conjunto, ya que los ácidos pueden atacarlos disminuyendo su calidad y vida de anaquel.

Es necesario conocer la compatibilidad de los diferen--tes ácidos combinados cada uno con los diferentes gelifican--tes y de esta forma obtener patrones de comportamiento entre ambos grupos y elegir los parámetros adecuados para conse--guir una buena formulación según sea el ácido y el encapsu--

lante de que se trate.

Un criterio de selección importante, es el aplicar formulaciones experimentales de encapsulamiento en algún producto alimenticio al cual podría ser destinado, como son bebidas y postres, así se observarán las características presentadas en el producto final y elegir aquellas formulaciones - que proporcionen buena calidad.

Estos criterios de selección ayudan a elegir según el ácido, el encapsulante, la cantidad de agua para la formulación y el comportamiento reológico presentado por la misma, los equipos de secado convenientes para lograr el proceso de microencapsulación.

Una vez obtenidas las microcápsulas se procederá a evaluar el producto para determinar la eficacia del proceso. Dos pruebas importantes dentro de esta etapa final del proceso, son la vida de anaquel y características organolépticas presentadas en un producto elaborado.

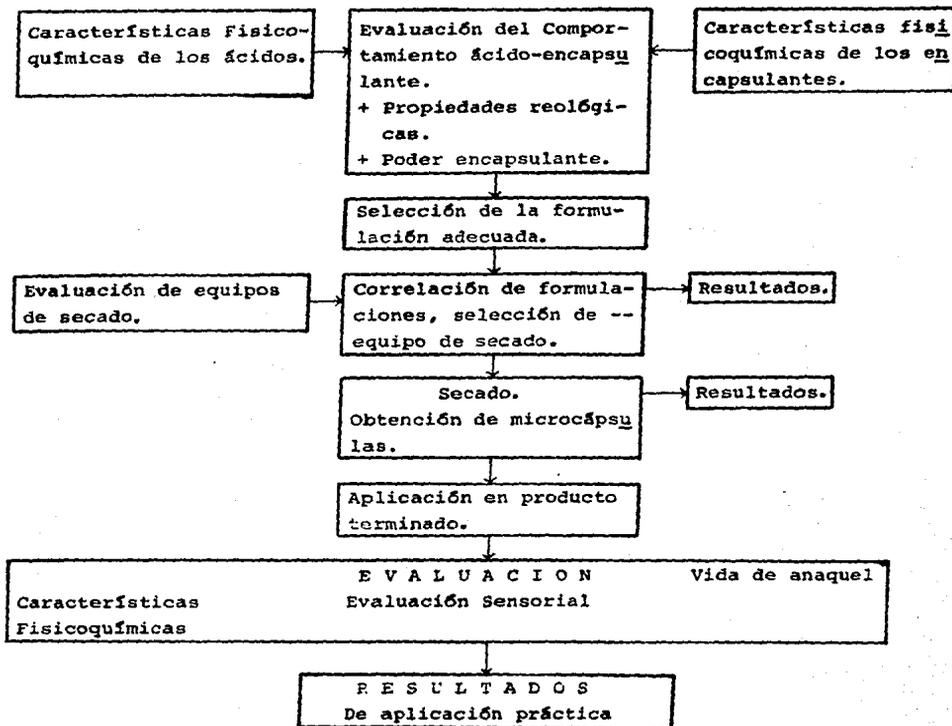


Fig. 5.1 Diagrama de bloques del diseño experimental para la correlación de distintos microencapsulados obtenidos en diferentes equipos.

Acidos	Característica Físicoquímica	Peso Molecular	pKa	Punto de fusión, °C
Cítrico		192.13	3.1 4.8 6.4 16.0	150 - 153
Fosfórico		98.00	2.14 7.2 12.65	--
Fumárico		116.07	3.0	249 - 251
Adípico		146.14	4.4 5.3	151 - 154

Tabla 5.1 Propiedades físicoquímicas de algunos ácidos empleados en la industria alimentaria.

Característica Encapsulante	Solubilidad	Viscosidad	pH	Temperatura	Electrolitos
Grenetina	Agua a 60°C alcoholes polihídricos (glicérol, etilenglicol)	Tipo A: 20-70 mp Tipo B:	Tipo A: 3.8 - 5.5 Tipo B:	Se destruye parcialmente con la ebullición.	
Goma Arábiga	En agua hasta - concentraciones del 50%, en etanol hasta 60%, no en aceites o solventes orgánicos.	5.0% 7cp 10.0% 17cp 40.0% 936cp 50.0% 4163cp	4.5 - 5.5	Pierde sus características por - demasiada exposición a más de 70° C.	Pierde viscosidad con mucha concentración - de estos, valencias positivas, lo que mejora - la emulsificación. Las sales trivalentes la precipitan.
Carboxi Metil Celulosa	En agua fría, no se dispersa en agua caliente. En mezclas EtOH-agua (60%), glicérol	0.6% <sup>DS</sup> 17cp 0.7% <sup>DS</sup> 30cp 0.7% <sup>DS</sup> 520cp 0.7% <sup>DS</sup> 1800cp	Estable: 5 - 10 Optimo: 7 - 9	Viscosidad inversamente proporcional con la temperatura.	Los cationes divalentes afectan poco su viscosidad, los trivalentes la precipitan y gelifican.
Mono estearato de glicerilo	Agua caliente a 90°C con agitación vigorosa				
Maltodextrinas 10 y 30 D E	Parcialmente en frío, totalmente en agua caliente.				

DS= Grado de sustitución en la molécula. El nivel aceptado en alimentos es un máximo de 0.9

Tabla 5.2 Características fisicoquímicas de algunos encapsulantes.

### FASE 5.1 Criterios de Selección para Pruebas Tentativas.

#### a) Características de comportamiento de las soluciones.

Se busca la obtención de soluciones que soporten la máxima cantidad de ácido, utilizando la mínima cantidad de agua, tomando en cuenta la necesidad de formar una solución bastante fluida para poder manejarla más fácilmente en tratamientos posteriores según se puede observar en diseño para equipos.

La obtención de la solución adecuada proporcionada por la relación existente entre el agua, el gelificante, y el ácido además de las características que cada uno de ellos aporten a la formulación en conjunto.

#### b) Prueba de Película.

De las muestras que presentan mejor comportamiento en solución, se efectúa la prueba formando una película con la solución sobre una superficie, como un porta objetos para observaciones posteriores (ver métodos y materiales), provocándose así la pérdida de humedad, esto origina la cristalización del ácido disuelto y gelificación del encapsulante.

Por medio de este tratamiento se observa la resistencia de la película para un proceso de secado que requiere altas temperaturas, así como la estabilidad de esta frente a las condiciones ambientales presentes pues podrían perjudicarle y deteriorarla fácilmente, como sería la adquisición de humedad o poca resistencia de la película, lo que provoca la liberación del ácido y su actividad nuevamente.

Las muestras ya secas en el portaobjetos se podrán observar físicamente en el microscopio.

c) Observaciones al microscopio.

Con observaciones al microscopio se trata de comprobar la incorporación del ácido en aquellas formulaciones que presentan buenas características y por lo tanto fueron elegidas. Como el ácido está cristalizado en las películas de los portaobjetos se puede observar en el microscopio si la matriz del gelificante es suficiente para cubrirlo o hay saturación de ésta, lo cual indica la falta de gelificante para tener mayor eficacia como cobertura. En estas observaciones se puede detectar la ruptura de la película si es que existe.

d) Determinación de pH

A cada una de las formulaciones en solución se les determina el pH para observar las posibles variaciones dependiendo de la formulación.

e) Determinación del porcentaje de acidez.

Esta determinación es muy importante ya que indica el grado de liberación del ácido por parte del gelificante con el que se desea cubrir, pues podría ocurrir que el gelificante esté reteniendo el ácido y no se obtenga en su porcentaje original, lo cual es muy perjudicial, ya que el grado de acidez no será el adecuado según la supuesta formulación elaborada, el recubrimiento sería poco eficaz, y esto no proporciona beneficio alguno. Por esto existe la necesidad de conocer los pará--

metros de concentración más adecuados entre los ácidos y los encapsulantes que proporcionen una buena protección y -- además que libere el ácido completamente o la mayor parte posible de este.

f) Parámetros de concentración entre ácidos y encapsulantes.

Los diferentes ácidos con los encapsulantes de las formulaciones que han sido seleccionadas, se trabajan a diferentes concentraciones entre ambos grupos tomando en cuenta que la cantidad de agua utilizada no exceda del 60% con respecto a la formulación en solución. Todo esto es con el fin de encontrar los parámetros de concentración adecuados entre ácidos y gelificantes de las formulaciones que proporcionen un buen encapsulamiento y grado de liberación del ácido por parte del encapsulante, por lo que se procederá a efectuar nuevamente las pruebas de película y determinaciones del porcentaje de acidez.

Una vez encontrados los parámetros de concentración adecuados de las formulaciones se procederá a aplicarlas en producto.

g) Aplicación de las formulaciones elegidas en producto.

Conociendo ya el porcentaje de acidez real de cada formulación que fue elegida por sus buenas características, se procede a aplicarlas en producto ajustando la cantidad necesaria de acuerdo al tipo y cantidad de ácido necesario según la formulación en que se desee aplicar, en esta caso es en postres y be-

bidas que se compararán contra un estándar de cada producto, observando sus características organolépticas.

Con los nuevos resultados se procederá a canalizar las formulaciones a los equipos de secado para la obtención de los microencapsulados.

#### FASE 5.2 Aplicación en Equipos de Secado para la Obtención de Microencapsulados.

La selección del equipo de secado para la obtención de microencapsulados es de gran importancia, pues de ello depende la canalización adecuada de las formulaciones, así como la eficacia y buenas características del producto final.

Los equipos utilizados son:

- Bombo
- Secador de espreas
- Lecho Fluidizado

El diseño experimental para cada uno de los equipos es el siguiente:

- a) Bombo (Pan Coating). (Ver Fig. 5.2)

En él se utilizará la materia prima a recubrir como partículas finas tamizadas para obtener un producto uniforme final. El material de recubrimiento se asperjará en solución sobre los núcleos cuando el equipo ya este en marcha en con-



**Fig. 5.2** Bombo utilizado para la microencapsulación

diciones experimentales de ángulo de inclinación y velocidad de rotación (rpm). Ambos parámetros se adecuarán de tal forma que se observe un movimiento de libre rotación por parte de las partículas sin que existan puntos muertos en la masa total de núcleos. Estas condiciones del proceso también pueden variar durante el transcurso del mismo de acuerdo a como se observe la integración del material encapsulante que será adicionado intermitentemente y en cantidades no excesivas -- pues producirían congregación de núcleos, ni se adicionará -- pobremente porque se aumentaría el tiempo y costo del proceso así como un recubrimiento no homogéneo. Conforme se va -- modificando el comportamiento de la partícula al ser recubierta puede hacerse necesario variar el ángulo de inclinación para mantener un flujo de núcleos ideal constante.

Otro parámetro importante es el control de la temperatura a la cual deberá evaporarse el solvente del material encapsulante y que en ningún momento del proceso deberá ocasionar daño alguno al producto.

La concentración en que deberá encontrarse el encapsulante se determinará en base a que posea una facilidad de manejo en el equipo y en relación a la proporción final deseada núcleo:encapsulante, sin descuidar el hecho de que a mayor cantidad de solvente utilizado será mayor el tiempo de secado y en consecuencia más costoso el proceso. (Ver Fig. 5.3)

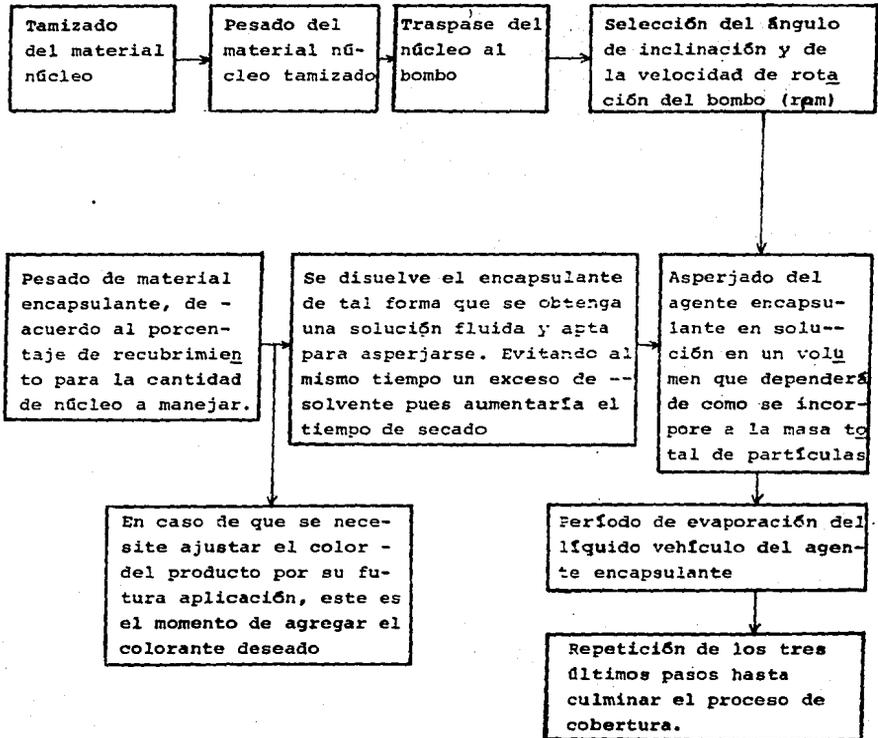


Fig. 5.3 Diagrama de flujo para proceso de encapsulación en bombo.

b) Secado por Aspersión (Spray Drying) (Ver fig. 5.4)

El empleo de este equipo se indica para el manejo de -- fluidos que contienen una cierta cantidad de sólidos disueltos. Para el caso específico de un proceso de encapsulamiento, es necesario que se tengan en solución tanto el material que a la postre será el núcleo como el agente encapsulante. La proporción entre núcleo- encapsulante será determinado antes de llevar la prueba al equipo y una vez que dicha proporción se haya encontrado se procederá a pesar las cantidades exactas para luego disolverlas en una cantidad de solvente - tal que obtengamos un fluido manejable y apto para luego ser impulsado a través de la esprea, evitando a esta última, hacia la cámara de secado en donde chocará con una corriente - de aire a temperatura controlada para evaporar el medio disolvente y no dañar los materiales sólidos. De esta forma se - provocará la formación de los microencapsulados de algunas - micras de diámetro. (ver fig. 5.5)

c) Lecho Fluidizado

La mejor forma de encapsular con este equipo es por medio de un lecho de partículas sólidas en movimiento fluido y sobre ellas asperjar una solución que contenga el material - encapsulante. Es decir, el equipo adecuado sería un lecho - fluidizado de cámara simple provisto en su parte interior superior central de una boquilla aspersora como si fuera un -- equipo de secado por aspersión.



**Fig. 5.4** Secador de Espreas utilizado en la Microencapsulación.

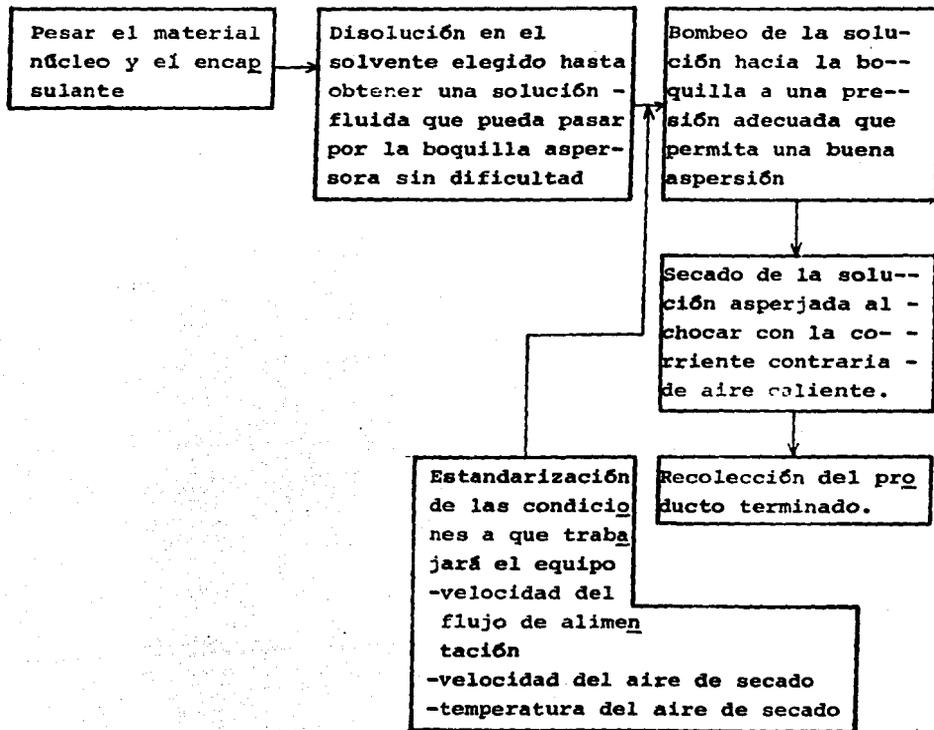


Fig. 5.5 Diagrama de flujo para la microencapsulación en un secador de espreas.

En el caso particular del presente trabajo, se contaba - únicamente con el lecho fluidizado de cámara como equipo de - secado, es decir desprovisto del aditamento aspersor. Por es te motivo, se procedió a efectuar un diseño experimental que supliera tal problema; al canalizarlo se encontraron dos posi bles formas de aprovechar un lecho fluidizado desprovisto de aspersor para un encapsulado:

c.1) Obtener una pasta lo menos fluida posible y que ya contenga el agente encapsulante como material núcleo disueltos. La cámara del lecho fluidizado deberá tener una malla lo suficientemente cerrada para impedir que a través de ella pase el azúcar tamizada de malla 20, pero que a la vez permita el fá-- cil tránsito del aire que tendrá por función la remoción del - agua del sistema y que fluidizará al mismo.

Es decir, se deberá colocar en el fondo de la cámara la - mitad del azúcar tamizada que llevará la formulación, a conti-- nuación se vaciará la pasta que contiene el núcleo y el primer agente encapsulante, al final se colocará la porción restante del azúcar. Esta adición de azúcar tiene dos objetivos, pro-- veer una segunda pared protectora al núcleo y que también funcione como soporte del sistema (Ver fig. 5.6 a y b).

c.2) Un segundo diseño es el elaborar una segunda formula ción, que puede o no contener azúcar, con la mínima cantidad - posible de agua o con la capacidad de perderla fácilmente. Cuando se tenga un producto de características semisólidas de-

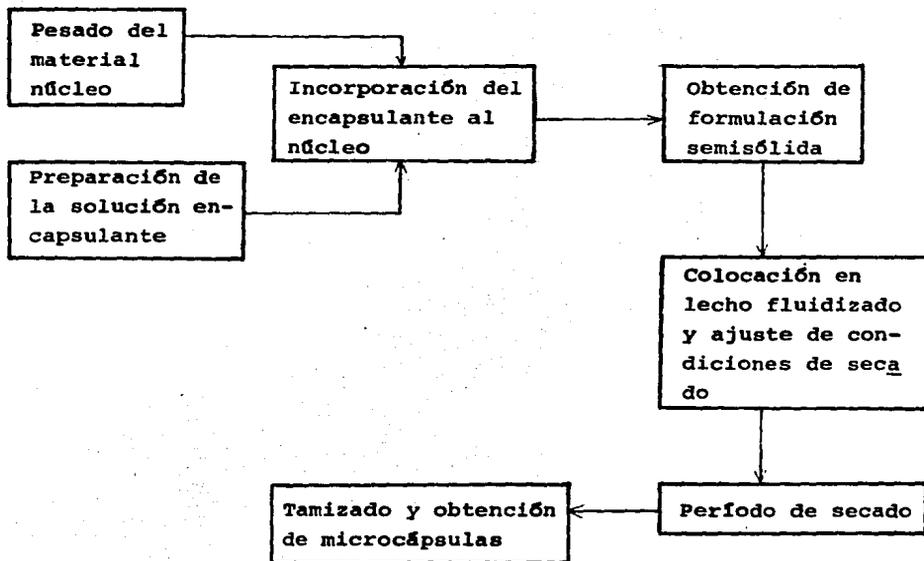


Fig. 5.6(a) Diagrama de flujo para encapsulamiento en lecho Fluidizado.

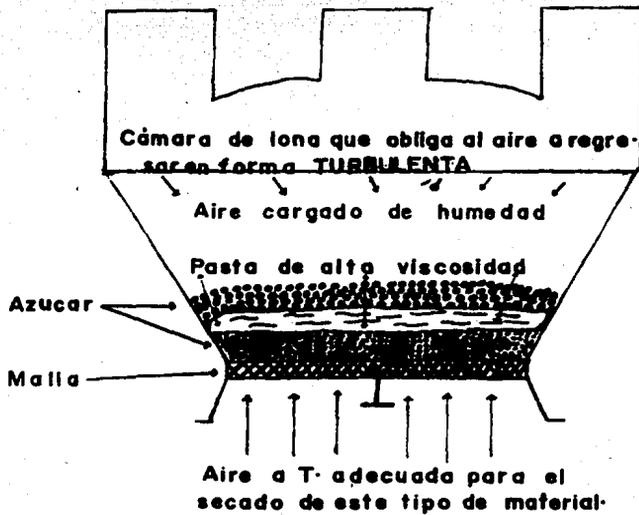


Fig. 5.6(b) Esquema de procesamiento en lecho fluidizado

bido a un primer secado, que puede ser en charolas, se podrá colocar en el interior del lecho fluidizado en forma de pequeños trozos con un grosor no mayor a los 0.5 cm y una longitud hasta de 10 cm. Así pues, el lecho fluidizado funcionará normalmente como un equipo de secado y no como en c.1 en donde se desea sus características de fluidización para efectuar sobre el sistema un movimiento envolvente e incorporar el azúcar de forma homogénea. Lógicamente la temperatura que deberá tener el aire inyectado a la cámara dependerá de como se comporte la formulación frente a ella, es decir que la temperatura deberá facilitar el secado pero no dañar el producto. Como es de suponer al trabajar con polímeros como la grenetina, la temperatura no deberá alcanzar a fundirla pues estropearía el encapsulado y escurriría a través de la cámara ya que los geles efectuados con grenetina son reversibles termicamente. Una vez concluido el proceso de secado, el producto será recolectado y pasado a molienda hasta obtener un polvo con el malleaje deseado. (Ver fig. 5.6 c)

d) Equipo Würster.

Este equipo, llamado Würster en mención a su inventor, - viene siendo una forma sofisticada del lecho fluidizado o - - aquel una simplificación de este. El equipo consta de un cilindro en su porción inferior que se convierte en un cono en la parte superior. En la parte del fondo del cilindro se tiene una malla que sirve como soporte del lecho de partículas - que serán puestas en un movimiento fluidizado al introducir -

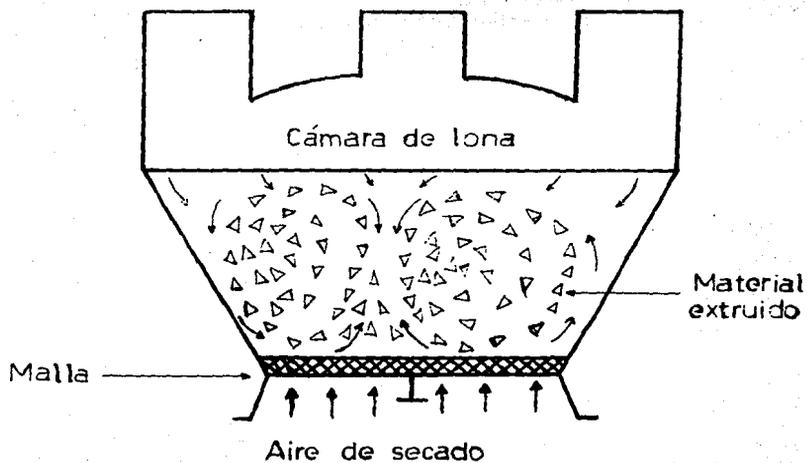


Fig. 5.6c Esquema de encapsulamiento en lecho fluidizado.

desde abajo aire a temperatura y humedad controladas, así como la velocidad de este que será factor importante para mantener en movimiento a las partículas. Las partículas ascienden por el cilindro hasta que alcanzan la porción cónica superior en donde ocurre una depresión del aire por el ensanchamiento del diámetro del equipo, esto ocasiona que el aire ya no soporte a las partículas iniciando entonces su caída al centro del cilindro en donde son nuevamente impulsadas hacia arriba por la corriente de aire. En el centro de la cara interna del techo se encuentra ubicada una boquilla aspersora por donde será aplicada una solución conteniendo un polímero y que humedecerá a las partículas, el aire provocará la eliminación del solvente vehículo del polímero, alcanza un cierto peso, el aire no podrá volverlo a levantar dando así por terminado el proceso de recubrimiento. La malla soporte al tener una cierta inclinación facilita el retiro del producto terminado haciendo de esta manera un proceso continuo pues más núcleo podrá ser alimentado por una entrada superior y opuesta a la de salida en la parte inferior del declive de la malla (Ver figs. 5.7 a y b).

De todo lo anterior se deduce que el proceso Würster tiene variadas formas para controlar el fin del proceso, es decir cuando la partícula alcanza un determinado peso, estos factores pueden ser:

- 1).- El tamaño del núcleo.
- 2).- La concentración de la solución con el encapsulante.

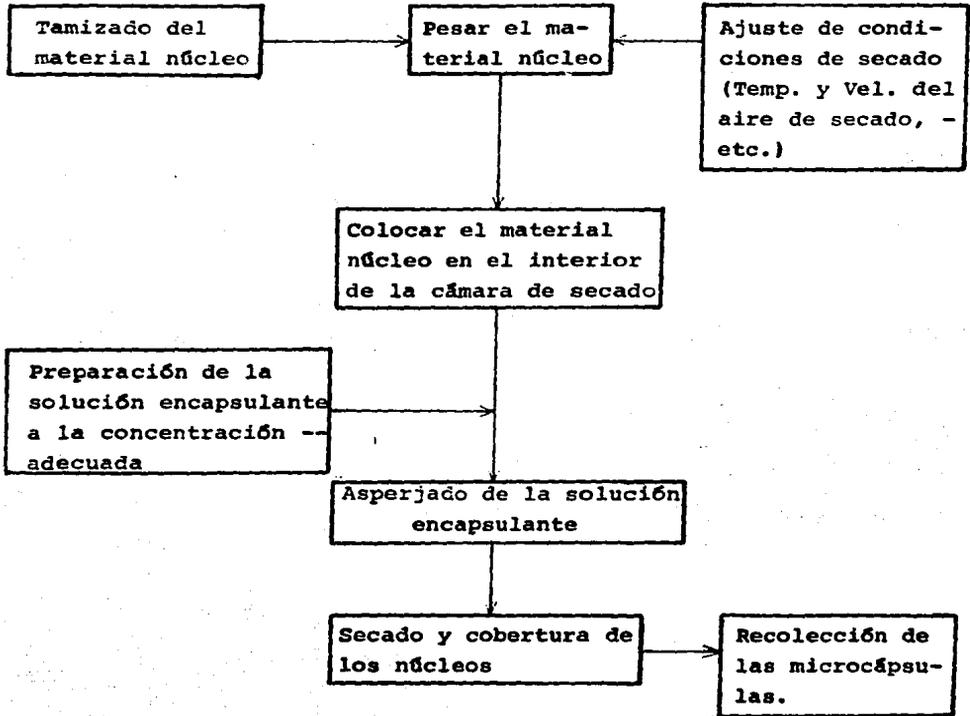


Fig. 5.7(a) Diagrama de flujo para encapsulamiento en equipo Würster.

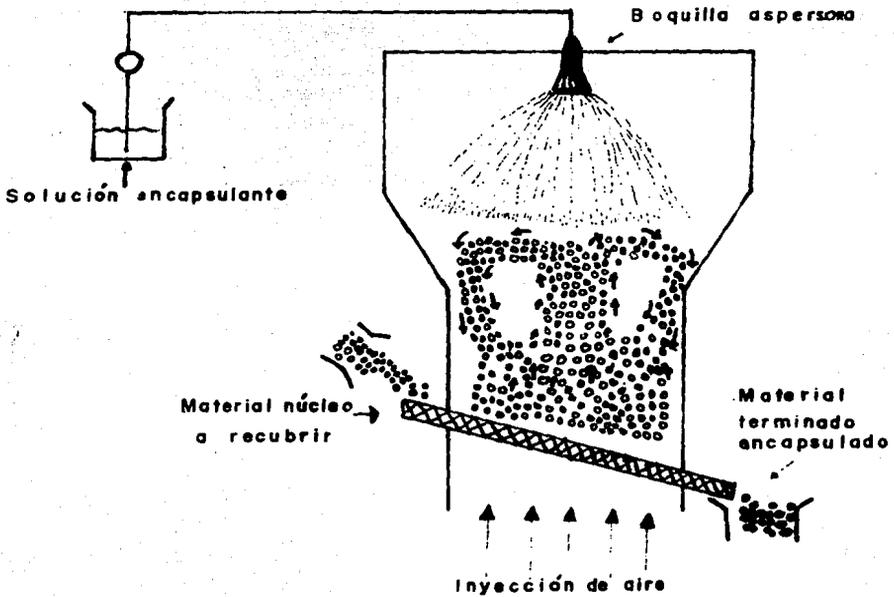


Fig. 5.7(b) Esquema del procesamiento Würster.

- 3).- La velocidad del aire.  
 4).- La temperatura de secado.

Una mala selección de las condiciones de procesamiento conllevan a elevar el costo del mismo o a obtener un producto de baja calidad.

A continuación se presentan los cuadros generales de diseño experimental y la forma en que se reportan los resultados del mismo.

#### CUADRO GENERAL DE TRABAJO DEL DISEÑO EXPERIMENTAL

ENCAPSULANTES ACIDOS	GRENETINA	G.ARBIGIA	C M C	MALTODEXTRINAS.
Cítrico				
Fúmarico				
Ascórbico				
o-Fosfórico				
Adípico				

El presente cuadro será modificado en sus resultados por la secuencia de cada uno de los siguientes puntos.

- A Selección de las formulaciones por comportamiento
- B Selección de formulaciones por prueba de película
- C Selección de formulaciones por observaciones al microscopio
- D Parámetros de concentración entre ácidos y gelificantes y obtención de intervalo de mejor encapsulamiento.
- E Aplicación en producto

**PORCIENTO DE ACIDEZ TITULABLE OBSERVANDO  
EL GRADO DE LIBERACION DE ACIDO**

**A c i d o :   E n c a p s u l a n t e**

Formulación	Proporción	Porcentaje de acidez titulable

**OBTENCION DE MICROENCAPSULADOS A NIVEL LABORATORIO**

Acido	Encapsulante	Form. Inicial	Form.Final	Propor.

## OBTENCION DE MICROENCAPSULADOS EN EQUIPOS DE SECADO

Acido	Encapsulante	Equipo	Proporción	Porcentaje de H <sup>+</sup>

## DETERMINACION DEL PORCIENTO DE ACIDO ASCORBICO PRESENTE

Encapsulante	Proporción Inic.	Proporción Fin.	% Vit. "C"

CUADRO DE REPORTE FINAL DE TRABAJO

	Rango de encapsulamiento óptimo	Grenetina	G. Arsbiga	C M C	Maltodextrinas.	Equipo Secado
A c i d o  1						
A c i d o  2						
A c i d o  3						
A c i d o  4						
A c i d o  5						

## CAPITULO VI

## METODOS Y MATERIALES

Mención de los métodos utilizados para algunas determinaciones necesarias dentro del desarrollo experimental.

- Método de secado en la estufa de vacío.

a) Material

\* Estufa de vacío

- Thelco . Modelo 19  
Precision PS Scientific

b) Procedimiento

De 80 a 100 g de muestra en solución se colocan en una charola de plástico, extendiéndola completamente, esta se introduce a la estufa de vacío y se aplica un vacío parcial -- equivalente a  $18 \text{ lb/in}^2$ , equipada con termómetro que penetre en la cámara de la estufa hasta las proximidades de la charola que contiene la muestra, se mantendrá la muestra de 4 a 6 horas en la estufa de 60 a 70° C. Finalmente cierre el vacío y déjese entrar cuidadosamente aire a la cámara de la estufa. Sacar la muestra.

- Método de secado a temperatura ambiente.

a) Procedimiento

Depositar de 80 a 100 g de muestra en una charola de plástico, colocandola en un lugar espaciado con suficiente ventilación a temperatura ambiente durante dos días.

- Método de molienda.

a) Material

\* Molino Wiley

- Intermediate  
Model, motor driven

b) Procedimiento

Colocar parte de la muestra (la cual debe estar fraccionada en porciones no mayores a  $1 \text{ cm}^3$ ) en el orificio de la - tolva del molino hasta que esté en marcha, tapar y ayudar con el émbolo de la misma, adicionar poco a poco la demás cantidad de la muestra sin sobrecargar el molino hasta moler completamente toda la muestra, la cual pasará a través de una - malla y será recolectada.

- Determinación de Vida de Anaquel.

a) Material

\* Gabinete para vida de anaquel

- Bluen M Counter-Flow  
Controlled. Rel. Hum.  
Gabinet. Model QTP-1c2

b) Procedimiento

Preparación del producto con el ingrediente adicional - en el que se desea determinar la vida de anaquel, el producto se sellará, en su empaque correspondiente, y se guardará en el gabinete bajo las siguientes condiciones:

Condiciones del gabinete para la vida de anaquel.

- , Humedad relativa = 81%
- , Temp. bulbo húmedo =  $30^{\circ} \text{ C}$
- , Temp. bulbo seco =  $38^{\circ} \text{ C}$

Las muestras se correrán por duplicado y se valorarán ca da semana contra un estándar a temperatura ambiente realizándose las siguientes pruebas.

, Evaluación organoléptica comparativa principalmente de sabor, color y apariencia en general .

- Determinación de vitamina "C" por el método Yodométrico. Ver método del Food Chemical Codex, pág. 63 Vol. II, Second Edition, 1982.

- Determinación de Vitamina "C" por el Método del Indofenol.

Ver método 43.064 de la A O A C  
Edition 40<sup>a</sup>, 1984

- Determinación de Acidez Total.

Ver Método 21.001 de la A O A C  
Edition 40<sup>a</sup>, 1984

- Determinación de proteínas en Microkjeldahl.

Ver Methods in Food Analysis

Maynard A. Joslyn

Academic Press N. Y. & London, Pág. 605, 1976.

## CAPITULO VII

### RESULTADOS

A continuación se presentan los considerandos para la exposición de los resultados.

La mención de los ácidos y encapsulantes utilizados será con el reporte principal del ácido con cada uno de los respectivos encapsulantes, ambos se mencionan enseguida:

#### Acidos.

Cítrico

Fumárico

Ascórbico

Adípico

o-Fosfórico

#### Encapsulantes.

Grenetina

Goma Arábica

Carboximetil Celulosa

Maltodextrinas

Cada relación ácido:encapsulante, comprenderá la siguiente mención de considerandos.

Mención de los rangos de encapsulamiento más eficaces -- según las formulaciones preparadas de acuerdo a la proporción entre ácido y encapsulante tomando en cuenta que el agua de adición para la disolución no excede del 60%.

Los datos para la asignación de la proporción entre el ácido, encapsulante y agua se da en porcentos de la siguiente manera:

. Proporción entre ácido y encapsulante:

(% ácido: % encapsulante: )

. Proporción entre ácido, encapsulante y agua:

(% ácido: % encapsulante: % agua: )

. En el caso de adición de azúcar:

(% ácido: % encapsulante: % agua: % azúcar: )

- Características de las pruebas de película. (Ver diseño experimental).

Mención de las características presentadas para cada ácido con el respectivo encapsulante dentro del rango de mejor encapsulamiento, que en general son:

. No quebrantamiento de película.

. No saturación de ácido en la matriz de encapsulante.

. No oscurecimiento.

. No cambio de color.

. Estabilidad al calor, etc.

- Determinación de pH.

El pH de todas las formulaciones va de 2 a 2.5, ya que prevalece en gran cantidad de concentración de ácido. Las determinaciones efectuadas son en concentraciones al 1% de muestra.

- Observaciones al microscopio. (Ver diseño experimental).

a) Observación de la dispersión de los cristales de ácido en la matriz del encapsulante y las características de la película.

Los datos obtenidos dentro del rango óptimo, son generales para todas las formulaciones y se consideran aceptables.

. Buena dispersión de ácido en la matriz.

. Mismas características observadas en la prueba de película.

b) Observación de los microencapsulados obtenidos en seco y con adición de agua para observar la ruptura de la cubierta por hidratación y disolución de esta.

- Aplicaciones en producto.

La aplicación en producto de las formulaciones en solución y de los microencapsulados obtenidos en bebidas y postres de consumo popular observando las características organolépticas impartidas (gelatinas, bebidas en polvo, etc.).

- Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio y en equipo de secado con sus resultados correspondientes.

- Recomendaciones para equipo de secado.

- Vida de anaquel de productos con la aplicación de micro

encapsulados obtenidos. (Ver métodos y materiales).

- Aplicación.

Designación de la aplicación de los microencapsulados obtenidos, en productos determinados de acuerdo a las características fisicoquímicas y organolépticas impartidas, pudiéndose elegir también algún otro producto de interés que cubra las necesidades requeridas.

ACIDO CITRICO.

Cítrico: Grenetina.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)

( 90 : 10 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución. -  
(Ver figura 7.1)

. Color miel (aumenta la intensidad al aumentar el encapsulante).

. Translúcidas.

. Viscosidad: (proporcional a la concentración del encapsulante).

. Estables (Ver figura 7.2)

c) Aplicación en producto.

La comparación es contra un estándar de ácido fumárico -

ajustando la concentración a la del ácido cítrico.

- . Acidez ligeramente más baja.
- . Impacto de sabor menos sostenido.
- . Sabor agradable.
- . Ligeramente menos dulce.
- . Consistencia poco más floja.

A mayor concentración del ácido y menor la del encapsulante, las características anteriores disminuyen.

d) Determinación del porcentaje de acidez en mezclas de -- ácido cítrico y gretina en solución a diferentes proporciones. (Ver tabla 7.2 a).

Los resultados demuestran completa liberación del ácido - por parte del encapsulante con los porcentos de acidez obtenidos.

e) Obtención de microencapsulados a nivel laboraterio. - (Ver tabla 7.1).

Obtención de microencapsulados a partir de formulaciones en solución obteniendo una nueva con la determinación del porcentaje de acidez y humedad para la corroboración de la proporción correspondiente.



**Figura 7.1 Característica de Fluidéz.**

Cítrico 25%

Grenetina 25%

Agua 50%

Proporción 50:50

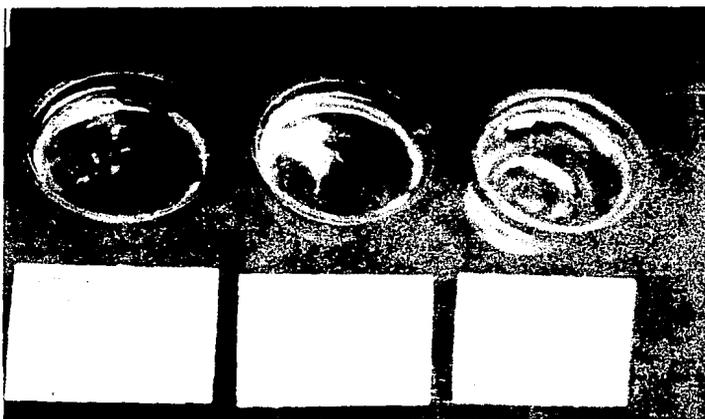


Figura 7.2 Características de las soluciones  
a diferentes concentraciones.  
Proporciones de ácido cítrico y gnetina  
(50:50), (80:20), y (90:10)

Características observadas durante su obtención:

- Secado (Ver métodos y materiales).

. Mayor tiempo de secado a mayor cantidad de encapsulante.

. Obtención de hojuelas amarillas manejables y estrujables.

. Fácil pérdida de humedad.

- Molienda (Ver métodos y materiales).

. Fácil molienda. Obtención de polvo malla 20 (ver figuras 7.3 y 7.4)

. Mayor fluidez a menor cantidad de encapsulante.

. Ligera aglomeración de los microencapsulados por exposición al aire.

. Fácil dispersión de los microencapsulados.

La obtención de los microencapsulados (ver figura 7.5) - corrobora la proporción inicial del ácido y el encapsulante - por medio de la proporción final obtenida de acuerdo a las determinaciones de humedad y acidez.

f) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Secador de espreas ( ver diseño experimental ).

. No mayor del 35% de encapsulante en formulación líquida para fluidez adecuada de esta.

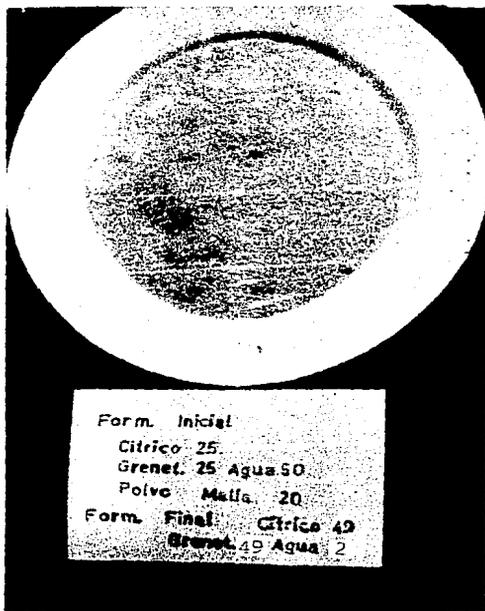


Figura 7.3 Muestra de ácido cítrico - grenetina secada a nivel laboratorio.

<u>Form. Inicial:</u>		<u>Form. Final:</u>
Cítrico	25%	49%
Grenetina	25%	49%
Agua	50%	2%

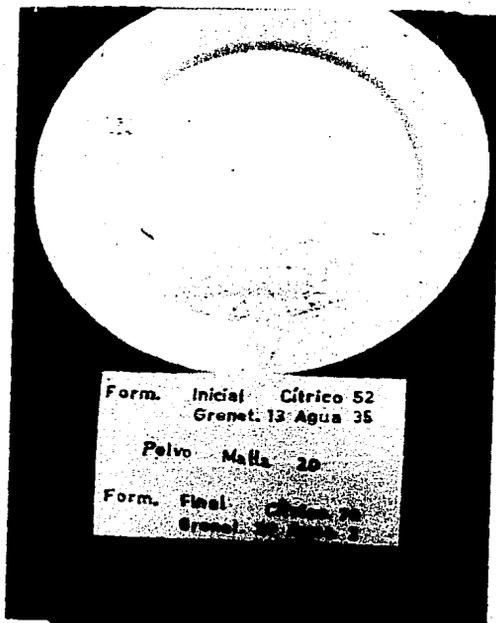


Figura 7.4 Polvo obtenido a nivel laboratorio.

<u>Form. Inicial:</u>		<u>Form. Final:</u>
Cítrico	52%	79%
Grenetina	13%	20%
Agua	35%	2%



**Figura 7.5** Observación de una microcápsula de cítrico-gre-  
tina, a través del microscopio con adición de agua.

Formulación.            50 : 13 : 35

Proporción.            80 : 20

. Ajuste adecuado del porcentaje de sólidos para el equipo de secado.

. Temperatura de secado no mayor de  $170^{\circ}\text{C}$ .

- Bombo (ver diseño experimental).

. Gernetina en solución.- 35% para asperjado de cobertura.

. Temperatura de secado.-  $50^{\circ}\text{C}$ .

- Lecho Fluidizado tipo Würster (ver diseño experimental).

. Gernetina en solución.- 35% para asperjado de cobertura.

. Temperatura de secado.-  $10^{\circ}\text{C}$ .

#### Cítrico: Maltodextrinas.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz (ver tabla 7.6).

( 70 : 30 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución (ver figura 7.6)

. Muy buena fluidez (disminuye poco al aumentar el encapsulante).

. Cristalinas.

. Translúcidas.

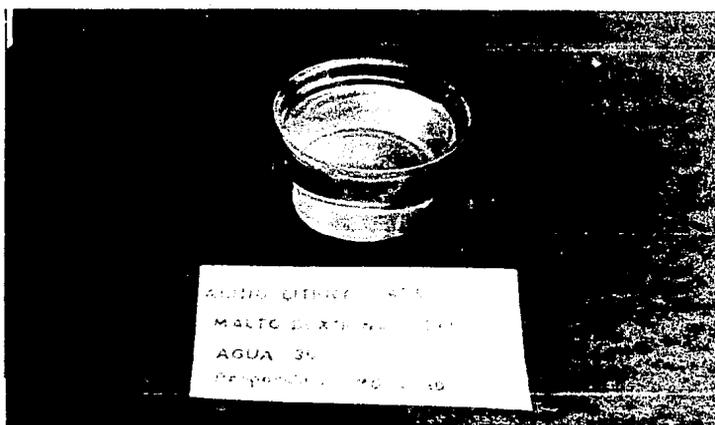


Figura 7.6 Solución de ácido cítrico y maltodextrinas.

Formulación

Acido Cítrico	45.5%	
Maltodextrinas	19.5%	Proporción 70 : 30
Agua	35.0%	

- . Incoloras.
- . Viscosidad baja.
- . Estables.

c) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio.

La proporción inicial de ácido y encapsulante corresponde con la final obtenida en los microencapsulados. (Ver tabla 7.1).

Características observadas durante su obtención:

- Secado.

- . Fácil pérdida de humedad.
- . Temperatura de secado.- 50°C.
- . Obtención de hojuelas blancas manejables y estrujables.

- Molienda.

- . Fácil molienda (obtención de polvo malla 20).
- . Muy buena fluidez de los microencapsulados.
- . No aglomeración.
- . Obtención de polvo blanco.

d) Obtención de microencapsulados en equipo de secado.

(Ver figura 7.7) (Ver tabla 7.3).

Características presentadas:

- . Polvo blanco.
- . No presenta aglomeración.
- . Buena fluidez de los microencapsulados.
- . Liberación completa de acidez. (Ver figuras 7.8 y 7.9).

e) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla -- 7.7).

- Secador de espreas ( ver diseño experimental ) .

. No mayor de 60% de encapsulante en la formulación líquida para la fluidez adecuada.

. Temperatura de secado.- 170°C.

. Ajuste adecuado del porcentaje de sólidos de acuerdo al equipo de secado de que se disponga.

- Bombo (ver diseño experimental).

. Encapsulante en solución.- 60% para el asperjado de la cobertura.

. Temperatura de secado.- 60°C.

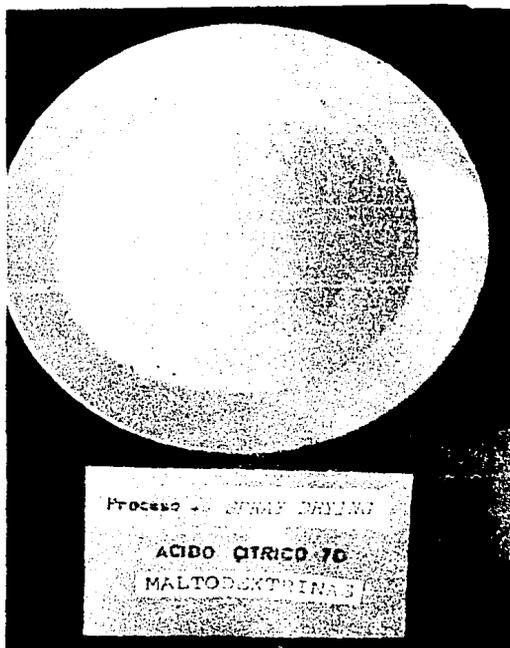


Figura 7.7 Obtención de microencapsulados cítrico-maltodextrinas en un secador de espumas.

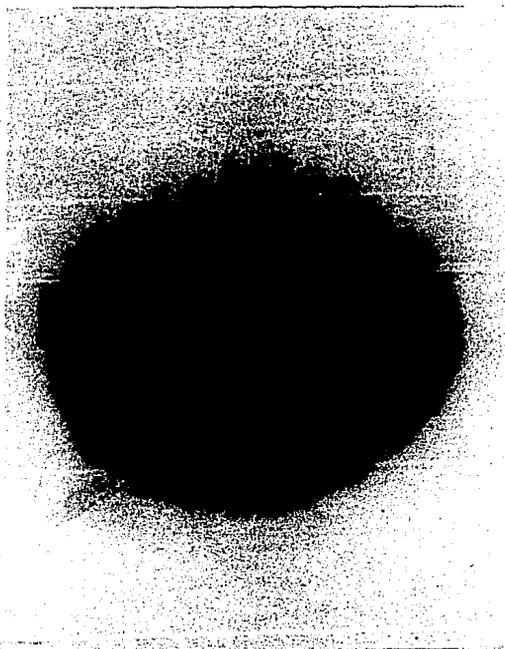


Figura 7.8 Hidratación de una microcápsula de cítrico-malto dextrinas vista a través de un microscopio.

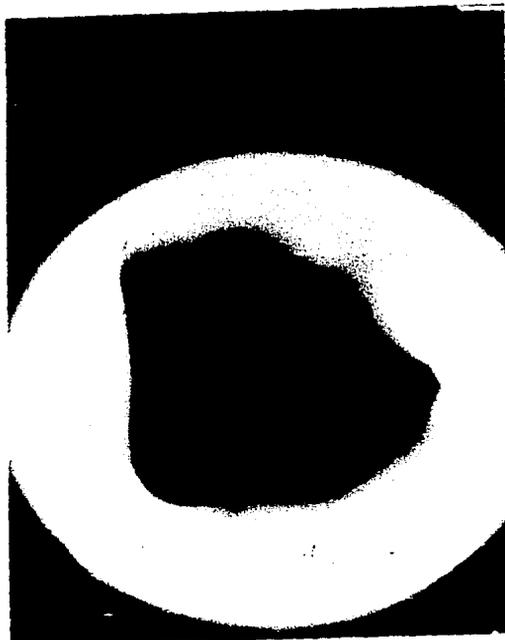


Figura 7.9 Continuación de la fotografía anterior. En este caso ha desaparecido la cápsula e inicia la -- liberación del ácido.

- Lecho Fluidizado tipo Würster ( ver diseño experimental ).
  - . Encapsulante en solución.- 60% para el asperjado.
  - . Temperatura de secado - 110°C.
- Lecho Fluidizado (Ver diseño experimental).
  - . Mismas recomendaciones que en el L. F. tipo Würster.

Cítrico: Carboximetil Celulosa.

- a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)  
( 90 : 10 - 75 : 25 )
- b) Características de las formulaciones en solución.
  - . Soluciones casi gelificadas.
  - . Muy poca fluidez (casi nula).
  - . Turbias.
  - . Formación de algunos grumos.
  - . Gran captación de agua por parte del encapsulante.
  - . Parcial disolución del ácido.
  - . Estables.
  - . Viscosidad muy alta.

c) Aplicación en producto.

Comparación contra un estándar de ácido fumárico ajustando el grado de acidez a la del ácido cítrico.

- . Sabor parecido al estándar.
- . Menor acidez.
- . Presencia de turbidez.
- . Afección de la tensión superficial con partículas - en suspensión y sedimentadas.
- . Mala apariencia.

En general estas formulaciones dan mala apariencia al -- producto, pero puede canalizarse a otro tipo de producto en -- donde la turbidez no sea un factor determinante.

d) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Charolas o túnel de secado.
- . Primero colocar la muestra extendida.
- . Secar a una temperatura  $\approx$  50°C.
- . Preferencia de secado con corriente de aire seco o vacío.
- . El producto seco molerlo a una malla determinada.
- . Secado final homogéneo.

Cítrico: Goma Arábiga.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)  
( 96 : 04 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución.

. Color amarillo claro (intensidad proporcional a la -  
concentración del encapsulante).

. Soluciones fluidas.

. Viscosidad buena (proporcional a la cantidad de en -  
capsulante).

. Estables.

. Translúcidas.

. Completa disolución del ácido.

c) Aplicación en producto.

Comparación contra un estándar de ácido fumárico ajustan  
do el nivel de acidez a la del ácido cítrico.

. Menor acidez que el estándar.

. Menor sabor.

. Cambio de textura, presentándose resbalosa.

. Mayor firmeza.

. Ligera turbidez (proporcional a la cantidad de encapsulante).

. Sensación desagradable al paladar.

Se recomienda la canalización hacia productos donde tales características no sean factor determinantes.

d) Obtención de microencapsulados en equipo de secado.  
(Ver tabla 7.3).

- Bombo. (Ver diseño experimental).

1) Cítrico: Goma Arábiga: Azúcar.

- Proporción ácido: cobertura.

( 96 : 04)

- Cobertura.

. Azúcar	50%	=	Un litro de solución --
. Goma Arábiga	12%		cubre 9.713 Kg.de ácido.
. Agua	38%		

- Características presentadas.

. Solución de cobertura bastante fluida.

. Fácil pérdida de humedad.

. Tiempo rápido de secado.

. Obtención de microencapsulados color crema.

. Liberación completa del ácido.

2) Cítrico: Goma Arábiga: Azúcar.

- Proporción ácido : cobertura.

( 96 : 04 )

- Cobertura.

. Igual que en la formulación anterior.

- Características presentadas.

. Igual que en la anterior.

- Tamizado y obtención de diferentes mallas con respectiva determinación del porcentaje de acidez. (Ver figura 7.10)

MALLAS	PORCIENTO DE ACIDEZ
20	89.46
30	89.46
40	91.38
60	89.53
80	88.81



Figura 7.10 Equipo de molienda empleado para homogenizar el tamaño de partícula de los microencapsulados -- obtenidos en bombo.

El encapsulado es homogéneo ya que el porcentaje de acidez es similar en todos los mallajes de los microencapsulados obtenidos. (Ver figura 7.11).

- Condiciones del proceso de secado.

- . Temperatura de secado 38°C - 50°C.
- . Angulo de inclinación inicial 10°
- . Angulo de inclinación final 38°
- . Asperjado de cobertura 10 ml. cada 15 minutos.
- . Revoluciones por minuto 40 aproximadamente.

El producto obtenido es tamizado en una malla de 0.8 mm. que proporciona los anteriores mallajes.

e) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio. (Ver tabla 7.1).

Elaboración de formulaciones con la adición de citrato.

- Características de las soluciones.

- . Flúidas.
- . Translúcidas.
- . Color amarillo claro.
- . Estables.

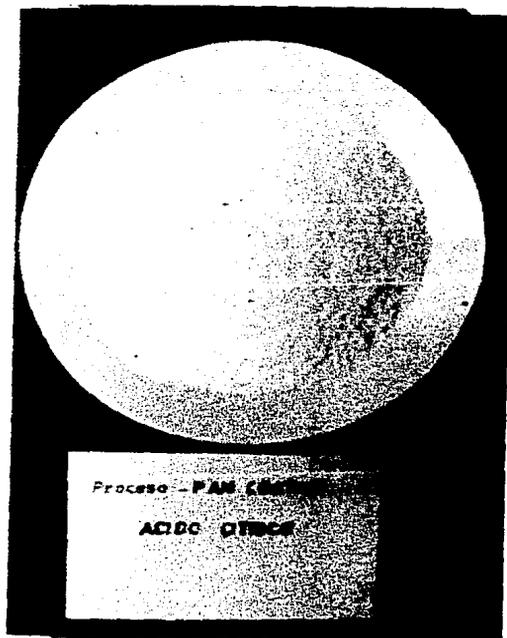


Figura 7.11 Microencapsulado de ácido cítrico - goma arábiga obtenido en bombo.

La adición de citrato debe ser menor al 5% con respecto a la formulación en solución ya que capta gran cantidad de agua y no le permitiría tener buena fluidez.

Características observadas durante la obtención de los microencapsulados.

- Secado. (Ver diseño experimental).

. Fácil secado.

. Obtención de hojuelas blancas y estrujables.

. No aglomeración.

- Molienda. (Ver diseño experimental).

. Fácil molienda.

. Manejo fácil de los microencapsulados.

. No aglomeración.

. Polvo color blanco.

. Tamizado y obtención de diferentes mallas con respectiva determinación del porcentaje de acidez.

MALLAS	PORCIENTO ACIDEZ	HUMEDAD
25 - 30	61.75	2.45
40	59.82	
60	61.39	

e) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Secador de espreas ( ver diseño experimental ) .

. No mayor del 60% de encapsulante en formulación líquida.

. Temperatura de secado.- 170°C.

- Bombo. (Ver diseño experimental).

. Goma Arábiga en solución.- 40% para asperjado de cobertura.

. Temperatura de secado.- 40°C.

- Lecho Fluidizado tipo Würster (ver diseño experimental) .

. Encapsulante en solución.- 45% para asperjado de cobertura.

. Temperatura de secado.- 110°C.

- Vida de anaquel.

. Los microencapsulados obtenidos en equipo de secado (Bombo).

. No presentan problemas de liberación de acidez, hay buen comportamiento en la vida de anaquel, no hay decrecimiento de los microencapsulados.

ACIDO FUMARICO

Fumárico: Grenetina.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6).  
( 90 : 10 - 70 : 30 )

b) Características de las formulaciones en solución.

(Sin azúcar)

- . Soluciones color blanco (ver figura 7.12).
- . Textura arenosa fina.
- . Parcial disolución del ácido.
- . Con refrigeración se evita la separación de fases.
- . Después de refrigerar hay formación de un gel estable a temperatura ambiente. (Ver figura 7.13).
- . Gel reversible con el calor.
- . Gran pérdida de humedad a temperatura ambiente.
- . Entre más encapsulante existe en la proporción, la consistencia del gel es más firme.
- . Si la exposición es mayor de 24 horas a temperatura ambiente el gel se endurece y es irreversible por la pérdida de humedad.
- . Gel nuevamente reversible con la adición de agua y en calor.

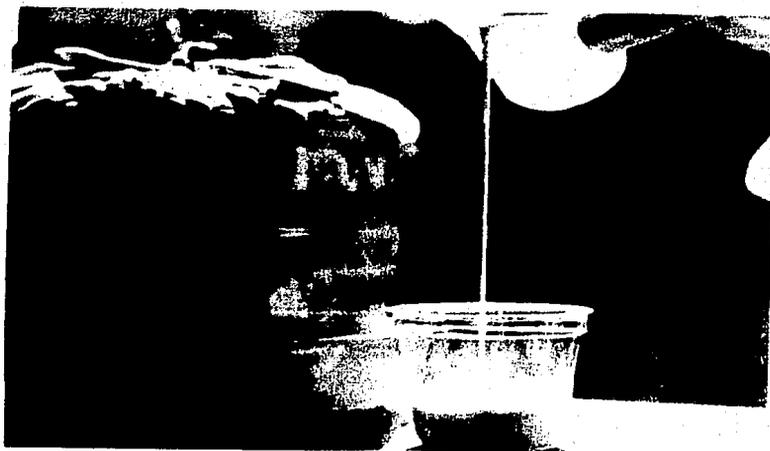


Figura 7.12 Característica de fluidez en formulaciones de -  
fumárico - grenetina.

Fumárico 32%

Grenetina 8%

Agua 60%

Proporción 80 : 20



Figura 7.13 Característica de gelificación después de refrigerar. A partir de este momento, la muestra empieza a perder humedad.

c) Características de las formulaciones en solución.

(Con azúcar).

- . Gelificación con la refrigeración.
- . Formación de un gel chicloso.
- . Dificultad para perder humedad.
- . Funde el gel a temperaturas mayores de  $-50^{\circ}\text{C}$ .
- . Pérdida de humedad en frío.
- . Caramelización a temperaturas mayores de  $-70^{\circ}\text{C}$ .

d) Aplicación en producto.

Comparación contra un estándar de fumárico.

- . Acidez parecida al estándar. (En otras formulaciones la acidez es mayor).
- . Poco más firme que el estándar.
- . Más tiempo de fusión en el paladar.
- . Buena apariencia.
- . En general mejores características organolépticas que en el estándar.

e) Determinación del porcentaje de acidez en mezclas de ácido fumárico y grenetina en solución a diferentes proporcio-

nes. (Ver tabla 7.2 b)

Hay liberación completa del ácido por parte del encapsulante, los resultados de acidez coinciden con las determinaciones organolépticas de la aplicación en producto.

f) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio. (Ver tabla 7.1).

1) Observación de pérdida de humedad en base a la proporción de azúcar adicionada a una formulación.

Características presentadas en el secado. (Ver diseño experimental).

- Con azúcar: (ver figuras 7.14 y 7.15).

. A mayor cantidad de azúcar menor temperatura de fusión de la muestra.

. Fusión de las muestras con el calor.

. Muestra chiclosa a mayor cantidad de azúcar.

. En frío, después del secado, muestras chiclosas y pegajosas.

- Sin azúcar:

. Secado rápido y homogéneo. (Aún a temperatura ambiente).

. Mucho menor tiempo de secado que las formulaciones -- con azúcar.

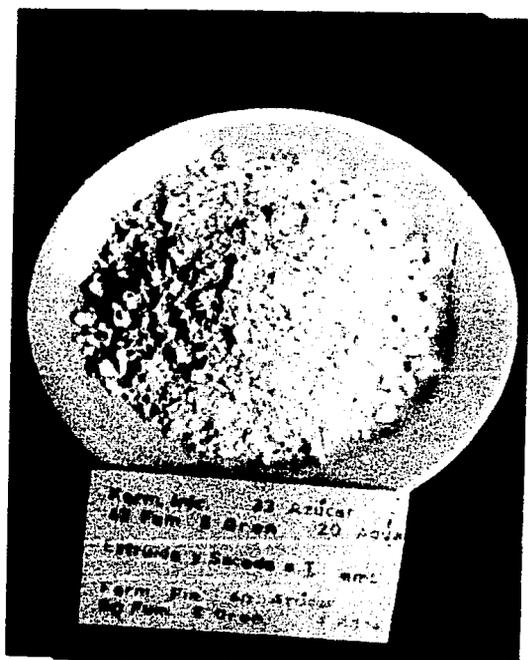


Figura 7.14 Muestra de fumárico - grenetina extruido y secada a temperatura ambiente.

<u>Form. Inicial:</u>		<u>Form. Final:</u>	
Azúcar	33%		40%
Fumárico	42%		50%
Grenetina	5%		6%
Agua	20%		4%

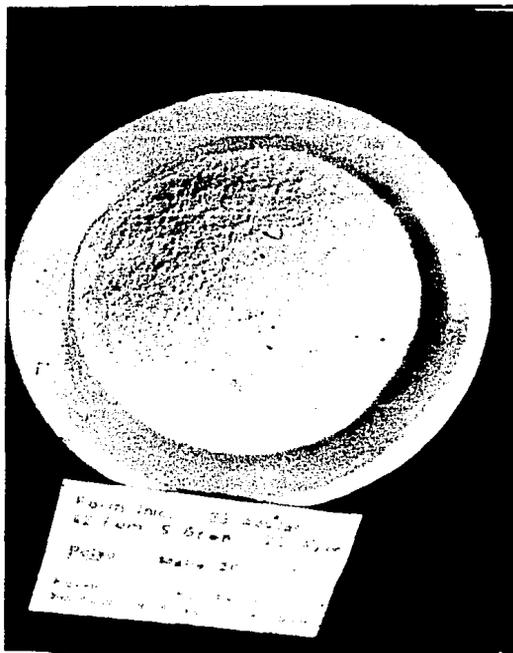


Figura 7.15 Polvo malla 20 de microcápsulas correspondientes a la formulación de la figura 7.16

. No funde con el calor del secado.

. Muestra dura y firme después del secado.

2) Evaluación de pérdida de humedad a temperatura ambiente.

Dada la rápida pérdida de humedad a temperatura ambiente de las formulaciones que no contienen azúcar, se presentan los resultados de una muestra secada a temperatura ambiente.

- Proporción de la muestra.

( 57 : 13 : 30 )

- Cantidad de muestra.

100 mililitros.

- Temperatura ambiente.

28°C.

TIEMPO DE SECADO (HORAS)	HUMEDAD (%)
0	31.14
2.45	26.28
4.15	24.57
22.00	5.82
24.00	4.89
29.30	2.77
43.00	2.58

f.3) Determinación del porcentaje de proteínas para corroborar el porcentaje de humedad de la muestra anterior así como el porcentaje de acidez de esta. (Ver tabla 7.5).

- Porcentaje de proteínas en base seca.

18.72

- Porcentaje de acidez base seca.

77.66

f.4) Obtención de microencapsulados por diferentes tratamientos determinando el porcentaje de humedad final para conocer la eficacia del secado.

- Formulación. (Ver figuras 7.16 y 7.17).

(57 : 13 : 30 )

TRATAMIENTO	PORCIENTO DE HUMEDAD
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Gelificación en frío.</li> <li>- Secado T = 70°C t = 2 horas.</li> <li>- Secado temperatura ambiente t = Un día.</li> <li>- Extrusión aereando.</li> </ul>	2.1
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Gelificación en frío.</li> <li>- Secado temperatura ambiente</li> <li>- Extrusión.</li> <li>- Secado aereando t = 4 horas.</li> <li>- Secado a temperatura ambiente t = Un día.</li> </ul>	2.2
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Refrigeración 15 min.</li> <li>- Extrusión en cuadritos.</li> <li>- Secado a Temp.Amb. Un día.</li> </ul>	2.5

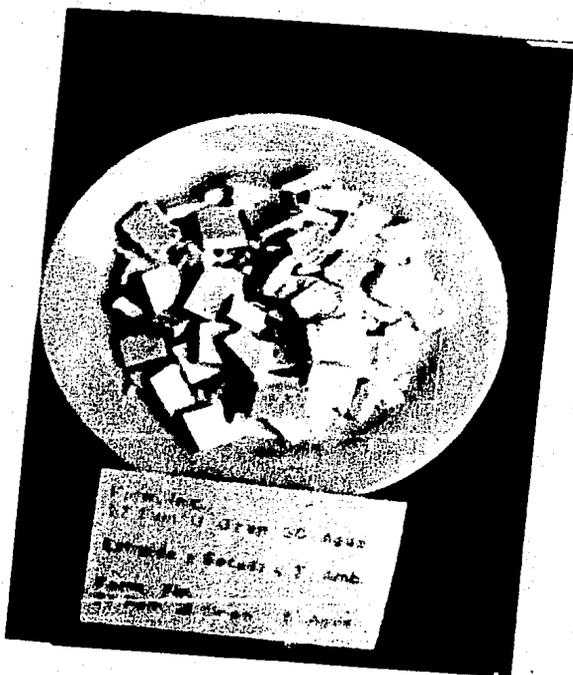


Figura 7.16 Muestra secada y extruída a temperatura ambiente de fumárico - grenetina.

Formulación

Fumárico	57%
Grenetina	13%
Agua	30%

Proporción 57 : 13 : 30

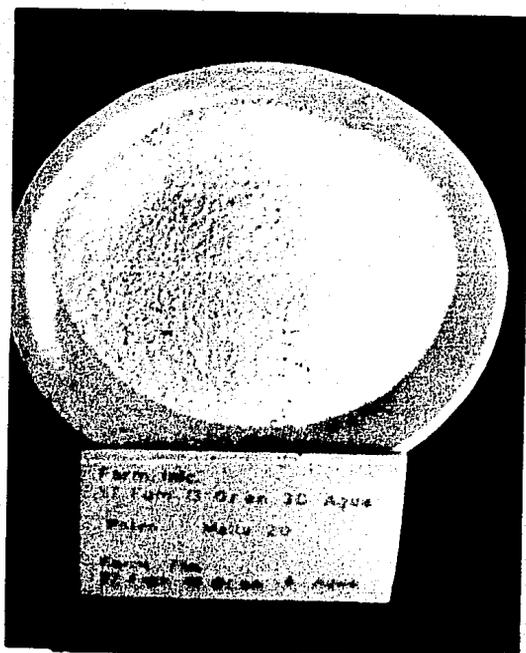


Figura 7.17 Polvo malla 20 de microcápsulas correspondientes  
a la figura 7.16

TRATAMIENTO	PORCIENTO DE HUMEDAD
- Refrigeración t = 30 min. - Extrusión en cuadritos - Secado a temperatura ambiente t = Un día.	2.5

Todos estos tratamientos son eficientes para un buen secado de las formulaciones que no contienen azúcar.

g) Obtención de microencapsulados en equipo de secado.  
 (Ver tabla 7.3).

- Lecho Fluidizado. (Ver diseño experimental.

. Formulación:

Cítrico : Grenetina : Agua : Azúcar.

. Proporción ácido : cobertura.

(22.5 : 77.5 )

- Condiciones del proceso de secado

. Temperatura de entrada 50°C de la muestra.

. Malla de carro del lecho fluidizado No. 52.

. Temperatura de entrada del aire de secado.- 90°C.

. Temperatura de salida del aire de secado.- 80°C.

. Tiempo de secado 4.5 horas.

- Características presentadas.

- . Formulación bastante fluida al inicio del proceso.
- . Dificultad para el secado.
- . Ligera caramelización del producto.
- . Producto algo pegajoso.
- . Con el calor funde la muestra.
- . Obtención de trozos de producto encapsulado. (Ver fi  
gura 7.18)

- Molienda.

- . Fácil molienda.
- . Obtención de polvo color crema.
- . Polvo con relativa higroscopicidad.
- . Obtención de polvo malla 20. (Ver figura 7.19).

- Determinación del porcentaje de proteínas. Ver tabla 7.5)

- Determinación del porcentaje de proteínas para corrobo  
rar la proporción inicial de encapsulante, acidez y humedad -  
final.

- . Porcentaje de proteínas.

18.72

- . Porcentaje de acidez en base seca.

22.29



Figura 7.18 Trozos de producto encapsulado obtenido en lecho fluidizado.

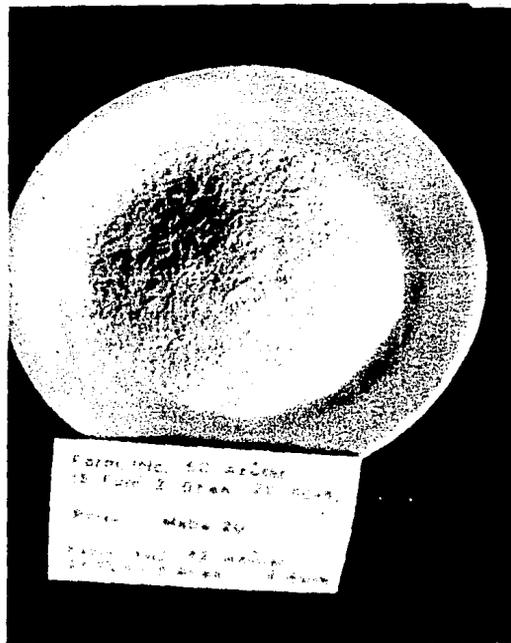


Figura 7.19 Polvo malla 20 obtenido de la molienda del producto secado en lecho fluidizado.

h) Aplicación de los microencapsulados en producto.

Comparación contra un estándar de fumárico.

- . Más firme que el estándar.
- . Perdura más el sabor.
- . Buena apariencia.
- . Translucidez.
- . Buen sabor.
- . En general los productos preparados con estos micro-encapsulados superan al estándar.

i) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Bombo. (Ver diseño experimental).
- . Grenetina.- 20% en solución para asperjado de cober-tura.
- . Temperatura de secado.- 50°C.
- . No adición de azúcar.
- Lecho Fluidizado. (Ver diseño experimental).

Con asperjado.

- . Grenetina en solución.- 20% para asperjado de cobertura.

. Temperatura de secado.- 85°C.

Sin asperjado.

. Enfriar para gelificar.

. Secar a temperatura ambiente (Un día).

. Extruir.

. Secar en lecho fluidizado.

. Molienda.

. Secado final homogéneo en lecho fluidizado.

- Lecho Fluidizado tipo Würster (ver diseño experimental) .

. Mismas recomendaciones que en el lecho fluidizado con asperjado.

- Otras formas de secado.

. Secado en charolas o túnel de secado de las formula - ciones que no contienen azúcar.

. Temperatura de secado.- 50°C.

. Extrusión.

. Secado final homogéneo.

. También se puede ayudar secando a temperatura ambien - te.

Fumárico: Carboximetil Celulosa.

- a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)  
(95 : 05 - 80 : 20 )
- b) Características de las formulaciones en solución.
- . Soluciones pastosas.
  - . Gran captación de agua.
  - . Alta viscosidad.
  - . Parcial disolución del ácido.
  - . Incorporación del ácido en el encapsulante.
- c) Aplicación en producto.
- . Misma acidez que el estándar.
  - . Partículas en suspensión y sedimentadas.
  - . Sabor ligeramente menor que el estándar.
  - . Presencia de bastante turbidez.
  - . Mala apariencia.
  - . Buena firmeza.
- Debe canalizarse hacia productos no translúcidos.
- d) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Charolas o túnel de secado.

Es recomendable este método de secado ya que el encapsulante presenta poca fluidez por su gran captación de agua -- así como también el ácido fumárico.

- Secado en charolas o túnel de secado a una temperatura.- 50°C.

- Molienda a una malla determinada.

- Secado final homogéneo.

- Bombo.

- Encapsulante en solución; la mayor concentración que acepte la formulación para tener un aspecto fluido.

- Temperatura de secado.- 50°C.

**Fumárico: Maltodextrinas.**

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (ver tabla 7.6).

( 85 : 15 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución.

- Soluciones transparentes.

- Incoloras.

- Parcial disolución del ácido.

- No cambio de propiedades coloidales del encapsulante.

. Soluciones estables.

c) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Bombo. (Ver diseño experimental).

. Encapsulante en solución.- 50% para asperjado de cobertura.

. Temperatura de secado.- 50°C.

- Lecho Fluidizado. (Ver diseño experimental).

. Encapsulante en solución.- 50% para asperjado.

. Temperatura de secado.- 50°C.

- Lecho Fluidizado tipo Würster (ver diseño experimental).

. Mismas condiciones que en el Lecho Fluidizado.

- Secador de espreas ( ver diseño experimental ) .

. Solución del ácido encapsulante con buena fluidez.

. Encapsulante en solución.- 50%.

. Temperatura de secado.- 170°C.

Fumárico: Goma Arábica.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz:

( 80 : 20 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones elaboradas.

- . No incorporación del ácido en el gelificante.
- . Disminución de la viscosidad del encapsulante.
- . Separación de fases.
- . Soluciones no estables.
- . Formación de hongos después de una semana de reposo
- . No pasa la prueba de película ni observaciones al microscopio.

c) Recomendaciones para equipos de secado.

De preferencia serán aquellos en donde el encapsulante no se encuentre junto al ácido en una misma solución.

- Bombo.

. Goma arábica en una solución de concentración.- 50% - lista para asperjarse.

. Temperatura de secado.- 60°C.

- Lecho Fluidizado.

. Goma arábica en concentración.- 50%.

. Temperatura de secado.- 70 - 80°C.

. El encapsulante deberá ser asperjado en forma intermitente sobre el lecho de partículas en movimiento.

- Lecho Fluidizado tipo Würster .

. Mismas recomendaciones que para el lecho fluidizado

### ACIDO ASCÓRBICO

Ascórbico: Grenetina.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6).

( 80 : 20 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución.

(Con azúcar).

. Gelificación en frío.

. Fluidez baja a temperatura ambiente.

. Fluidez alta en caliente.

. Soluciones color crema.

c) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio.

(Ver tabla 7.4).

Características observadas durante su obtención:

- Secado. (Ver métodos y materiales).

. Mayor tiempo de secado a mayor cantidad de encapsulan  
te.

. Obtención de hojuelas amarillas manejables y estruja-  
bles.

. Fácil pérdida de humedad.

- Molienda. (Ver métodos y materiales).

. Fácil molienda. (Obtención de polvo malla 20). (Ver - figura 7:20).

. Buena fluidez.

. No aglomeración de los microencapsulados.

. Obtención de polvo color crema.

- Determinación del porcentaje de acidez a diferentes tiempos usando varios métodos. (Ver tabla 7.4). (Ver métodos y materiales).

. Observación de la eficacia del encapsulamiento por medio de determinaciones de ácido ascórbico a diferentes tiempos.

. Determinación del porcentaje de humedad.

d) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Secador de espreas . ( ver diseño experimental ) .

. No mayor de 25% de encapsulante en la formulación en solución.

. Temperatura de secado .- 170°C.

. Se recomienda este equipo de secado para evitar dema-

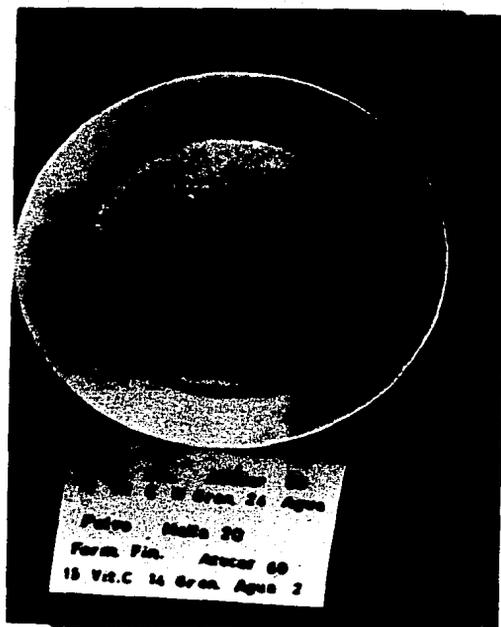


Figura 7.20 Muestra de Vitamina C encapsulada con azúcar y - grenetina, polvo malla 20.

<u>Formulación inicial</u>		<u>Formulación final.</u>
Vitamina C.	12%	15%
Azúcar.	53%	69%
Grenetina.	11%	14%
Agua.	24%	2%

siada exposición del ácido con el medio ambiente y aunque el secado es a una temperatura elevada es muy rápido el secado, por lo que la afección es mínima.

Ascórbico: Goma Arábica.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)  
( 80 : 20 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución.

. Completa disolución del ácido.

. Viscosidad baja.

. Fluidez alta.

. Estables.

. Translúcidas.

. Soluciones de color amarillo paja.

c) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio.  
(Ver tabla 7.4).

Características observadas durante su obtención.

- Secado. (Ver métodos y materiales.).

. Fácil secado.

. Obtención de hojuelas amarillo paja.

- . Hojuelas manejables y estrujables.
- . No aglomeración.
- Molienda. (Ver métodos y materiales).
  - . Fácil molienda, obtención de polvo malla 20 (ver figura 7.21).
  - . Buena fluidez de los microencapsulados.
  - . No aglomeración.
  - . Obtención de polvo amarillo paja.
- Determinación del porciento de acidez a diferentes tiempos usando varios métodos. (Ver tabla 7.4). (Ver métodos y materiales).
  - . Observación de la eficacia y estabilidad del encapsulamiento por medio de determinaciones de ácido ascórbico a diferentes tiempos.
  - . Determinación del porciento de humedad.
- d) Obtención de microencapsulados en equipo de secado. (Ver tabla 7.3).
  - Bombo. (Ver diseño experimental.).
    - . Formulación.
      - Ascórbico : Goma Arábiga : Azúcar.

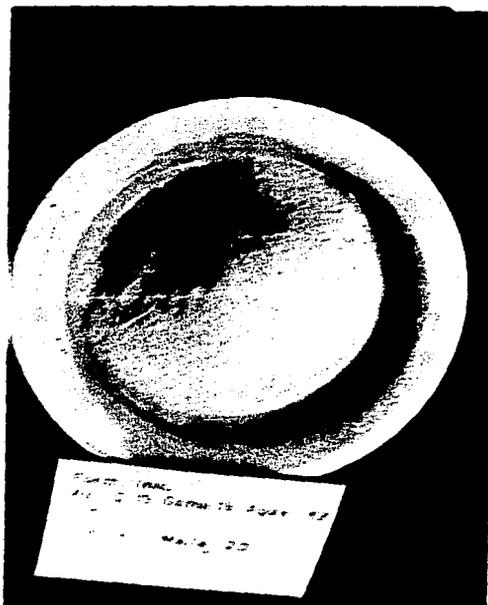


Figura 7.21 Polvo malla 20 de encapsulados ácido ascórbico - goma arábica.

Vitamina C. 19%  
Goma arábica. 18%  
Agua. 63%

Proporción 51:49

- Proporción ácido : cobertura.

( 80 : 20 )

- Cobertura.

. Azúcar 12.94%

. Goma Arábica 3.16%

. Agua 12.66%

\* Un litro cubre 2.475 Kg.  
de ácido.

- Características presentadas.

. Solución de cobertura bastante fluida.

. Fácil pérdida de humedad.

. Tiempo rápido de secado.

. Obtención de microencapsulados color crema.

. Microencapsulados bastante fluidos.

- Tamizado y obtención de diferentes mallas con respecti-  
va determinación del porciento de ácido ascórbico. (Ver méto -  
dos y materiales).

MALLAS	% ASCORBICO INDOFENOL	% ASCORBICO IODOMETRICO
20	77.08	74.19
30	79.13	75.69
40	78.25	76.18
60	77.05	77.05
80	77.05	78.42

El encapsulado es homogéneo ya que el porcentaje de ácido ascórbico es similar en todos los mallajes de los microencapsulados obtenidos.

- Condiciones del proceso de secado.

. Temperatura de secado 45°C.

. Angulo de inclinación inicial 10°

. Angulo de inclinación final 30°

. Asperjado de cobertura 10 ml. cada 15 min.

. Revoluciones: 1° 29 rpm.

2° 36 rpm.

3° 42 rpm.

El producto obtenido es tamizado en una malla de 0.8 dando los mallajes mencionados.

e) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Secador de espreas ( ver diseño experimental ) .

. No mayor del 30% de encapsulante en formulación líquida.

. Temperatura de secado : 170°C.

. Una vez preparada la solución para el secado, utilizarla inmediatamente para evitar exposición del ácido ascórbico y se deteriore lo menos posible.

Ascórbico: Carboximetil Celulosa.

- a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)  
( No existe).
- b) Características de las formulaciones elaboradas.
  - . Parcial disolución del ácido.
  - . Formulación de pasta viscosa.
  - . Fluidez nula.
- c) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio. -  
(Ver figura 7.22). (Ver tabla 7.4).

Características observadas durante su obtención.

- Secado. (Ver métodos y materiales).
  - . Fácil secado.
  - . Fácil pérdida de humedad.
  - . Temperatura de secado.- 50°C.
  - . Obtención de hojuelas blancas manejables y estrujables.
- Molienda. (Ver métodos y materiales).
  - . Fácil molienda, obtención de polvo malla 20. (Ver fi-  
gura 7.23).
  - . Fluidez media de los microencapsulados.

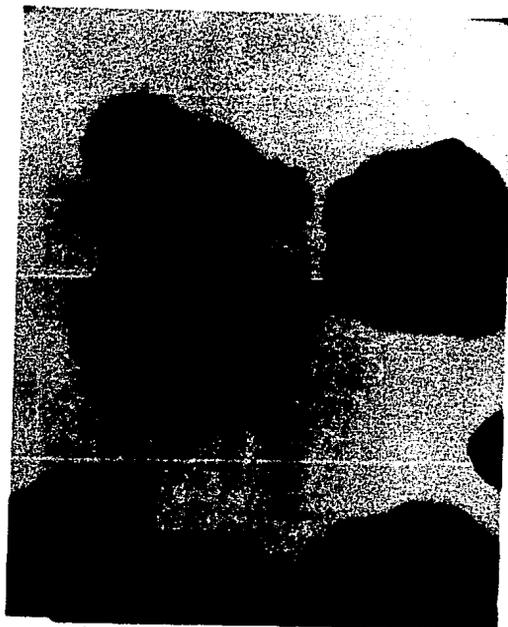


Figura 7.22 Microcápsulas de Vitamina "C" - CMC en polvo -  
malla 20.

<u>Formulación Inicial.</u>		<u>Formulación Final.</u>
Vitamina C.	30%	93%
C M C	2%	6%
Agua.	68%	1%

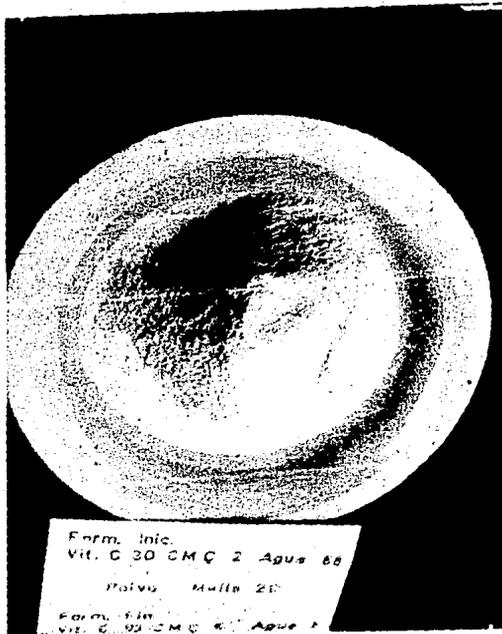


Figura 7.23 Polvo malla 20 de encapsulado Vitamina "C" con C M C .

. Obtención de polvo blanco.

. Ligera aglomeración.

- Determinación del porcentaje de ácido ascórbico a diferentes tiempos usando varios métodos. (Ver tabla 7.4). (Ver métodos y materiales.)

. Hay deterioro del ácido en el transcurso del tiempo, lo cual indica un ineficiente encapsulado o daño ocasionado durante el secado.

. Determinación del porcentaje de humedad para conocer la proporción final existente.

d) Recomendaciones para equipos de secado. (Ver tabla 7.7).

- Charolas o túnel de secado.

. El secado del ácido ascórbico se puede realizar por este medio, corriéndose el riesgo de que el ácido se deteriore durante el tratamiento. Es decir, no es recomendable su aplicación.

- Bombo.

. El agente encapsulante deberá estar en una solución a la mayor concentración que soporte para estar fluida y poder efectuar su asperjado.

. Temperatura de secado .- 50°C.

. Mismos cuidados que en charolas y túnel, pero con -  
mejores posibilidades para este equipo.

Ascórbico: Maltodextrinas .

- a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)  
( 80 : 20 - 50 : 50 )
- b) Características de las formulaciones elaboradas. (Ver  
figura 7.24).

. Completa disolución del ácido.

. Buena fluidez.

. Translúcidas.

. Incoloras.

. Estables.

- c) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio. -  
(Ver tabla 7.4).

Características observadas durante su obtención.

- Secado. (Ver métodos y materiales.).

. Fácil pérdida de humedad.

. Secado - 50°C.

. Obtención de hojuelas manejables y estrujables.



Figura 7.24 Polvo malla 20 de Vitamina "C" encapsulada con Maltodextrinas.

Formulación inicial.

Vitamina "C"	19%
Maltodextrinas	17%
Agua.	64%

- Molienda. (Ver métodos y materiales).

. Fácil molienda (obtención de polvo malla 20).

. Buena fluidez de los microencapsulados.

. No aglomeración.

. Obtención de microencapsulados color blanco.

- Determinación del porcentaje de ácido ascórbico a diferentes tiempos, usando varios métodos. (Ver tabla 7.4). (Ver métodos y materiales).

. Existe deterioro del ácido ascórbico.

. El ácido ascórbico va disminuyendo gradualmente.

3) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Secador de espreas ( ver diseño experimental ) .

. No mayor de 50% de encapsulante para la formulación en solución, para una fluidez adecuada.

. Temperatura de secado .- 170°C.

Es recomendable este equipo de secado por lo lábil del ácido ascórbico al deterioro por demasiado tiempo de exposición, y en este tipo de equipo el secado es muy rápido y eficaz.

ACIDO ADIPICO.

Adípico: Grenetina.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)

( 90 : 10 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones en solución.

. Soluciones de color blanco.

. Textura arenosa.

. Parcial disolución del ácido.

. Necesidad de refrigerar para evitar separación de fases.

. Formulación de gel estable a temperatura ambiente.

. Gel reversible con el calor.

. Pérdida de humedad a temperatura ambiente.

. Puede secar a temperatura ambiente.

c) Aplicación en producto.

Comparación contra un estándar de fumárico ajustando la -  
concentración a la del ácido adípico.

. Acidez completamente diferente al estándar.

. Ligeramente menos firme que el estándar.

. Mala apariencia.

. Sabor diferente.

d) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Bombo. (Ver diseño experimental.).

. Encapsulante en solución.- 50% para asperjado de co-  
bertura.

. Temperatura de secado.-50°C.

- Lecho Fluidizado tipo Würster.

. Encapsulante en solución.- 50% para asperjado de co-  
bertura.

. Temperatura de secado.- 110°C.

Adípico: Carboximetil Celulosa.

a) Características de las formulaciones elaboradas.

. Parcial disolución del ácido.

. Separación de fases.

. Disminución de viscosidad con el tiempo.

. Formación de hongos en la superficie en el transcurso  
de una semana.

. Ataque del ácido al encapsulante (licuefacción).

b) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

- Bombo.

. El encapsulante deberá estar en solución a una concentración tal que posea una fluidez apta para asperjarse.

. Temperatura de secado.- 70°C.

- Túnel de secado.

. Se evitará tener excesiva concentración del ácido -- pues provocaría separación de fases.

. El encapsulante estará en una concentración adecuada para no gelificar (. - 5% ).

. Temperatura de secado.- 70°C.

Adípico: Goma Arábiga.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz.

( 80 : 20 - 50 : 50 )

b) Características de las formulaciones elaboradas.

. Parcial disolución del ácido.

. Separación de fases por sedimentación del ácido.

. Gran captación de agua por parte del ácido.

c) Recomendaciones para equipo de secado. (Ver tabla 7.7)

Dado que el ácido adípico capta gran cantidad de agua -- conviene encapsularlo en bombo, para que lo único que esté en solución sea la cobertura.

- Bombo. (Ver diseño experimental).

. Encapsulante en solución.- 35% para asperjado de co-  
bertura.

. Temperatura de secado.- 70°C.

. Angulo de inclinación, de acuerdo a la carga.

- Lecho Fluidizado. (Ver diseño experimental).

. Encapsulante en solución.- 35% para asperjado de co-  
bertura.

. Temperatura de secado.- 70°C.

- Lecho Fluidizado tipo Würster (ver diseño experimental).

### ACIDO FOSFORICO

Fosfórico: Grenetina.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (Ver tabla 7.6)

( 25 : 75 - 40 : 60 )

b) Características de las formulaciones en solución.

. Buena fluidez.

. Color miel (aumenta a mayor cantidad de encapsulante)

. Ataque del ácido al encapsulante si persisten estos en solución un tiempo mayor de tres horas.

. Estables.

. Oscurecimiento de solución cuando empieza a atacar - el ácido.

. Necesidad de realizar inmediatamente el proceso de - secado después de la formación de la solución.

c) Obtención de microencapsulados a nivel laboratorio. - (Ver tabla 7.1).

• Características observadas durante su obtención.

- Secado. (Ver métodos y materiales).

. Fácil secado. (Mayor tiempo de secado a mayor canti-dad de encapsulante).

. Obtención de hojuelas amarillas manejables y estrujables.

- Molienda. (Ver métodos y materiales.).

. Fácil molienda. (Obtención de polvo malla 20).

. No aglomeración a los microencapsulados.

. Mayor fluidez a menor cantidad de encapsulante.

. Microencapsulados color miel.

d) Recomendaciones para equipo de secado. (ver tabla 7.7).

- Secador de espreas (ver diseño experimental).

. Las soluciones a encapsular por este método pueden -- ser todas las que entren dentro del rango de encapsulamiento más eficaz.

. Temperatura de secado.-  $170^{\circ}\text{C}$ .

. Recomendable secar las formulaciones inmediatamente - elaboradas las soluciones.

. Probabilidades de deterioro de equipo si es lavado cuidadosamente después del proceso.

#### Fosfórico: Maltodextrinas.

a) Rango de encapsulamiento más eficaz. (ver tabla 7.6).

( 25 : 75 - 40 : 60 )

b) Características de las formulaciones en solución.

. Buena fluidez.

. Color amarillo claro.

. Ataque del ácido al encapsulante si persisten estos - en solución un tiempo mayor de dos horas.

c) Obtención de microencapsulados en equipo de secado.

- Secador de espreas (ver diseño experimental).

- . Polvo amarillo claro. (ver figura 7.25).
- . No presenta aglomeración.
- . Buena fluidez de los microencapsulados.
- . Completa liberación del ácido.
- . Misma recomendación anterior en cuanto al equipo.

d) Recomendaciones para equipo de secado. (ver tabla 7.7).

- Secador de espreas. (ver diseño experimental).

. Soluciones para el secado que entren dentro del rango de encapsulamiento más eficaz.

. Temperatura de secado.-  $170^{\circ}\text{C}$ .

. Preparación de la solución en el momento de iniciar - el proceso de secado.

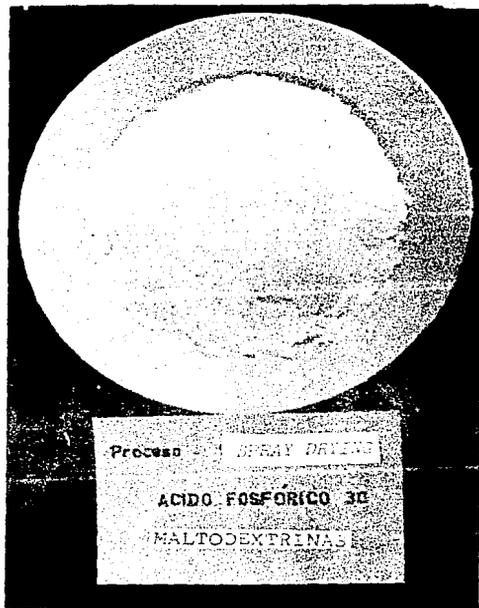


Figura 7.25 Polvo obtenido en secador de espreas de la micro-encapsulación de ácido fosfórico : maltodextrinas

TABLA 7.1

FORMULACIONES ELABORADAS A NIVEL LABORATORIO

ACIDO	ENCAPSULANTE	FORM. INICIAL	FORM. FINAL	PROPORCION
C I T R I C O	GRENETINA	54 : 06 : 40	90.24 : 8.07 : 1.69	90 : 10
		52 : 13 : 35	79.04 : 18.9 : 1.7	80 : 20
		25 : 25 : 50	50.38 : 47.42 : 2.2	50 : 50
	MALTODEXTRINAS	45.45 : 19.5 : 35.5	67.25 : 29.53 : 3.2	70 : 30
FUMARICO	GRENETINA	57 : 13 : 30	77.66 : 19.34 : 3	81.43 : 18.57
FOSFORICO	GRENETINA	9 : 26 : 65	24.9 : 72.1 : 3	25.7 : 74.3

TABLA 7.2 (a)

PORCIENTO DE ACIDEZ TITULABLE  
OBSERVANDO EL GRADO DE LIBERACION DEL ACIDO

CITRICO : GRENETINA		
FORMULACION	PROPORCION	PORCIENTO DE ACIDEZ
25 : 25 : 50	50 : 50	25.7
40 : 20 : 40	66.5 : 33.3	39.0
52 : 13 : 35	80 : 20	55.1
54 : 06 : 40	90 : 10	54.5
56.47 : 3.21 : 40.32	94.5 : 5.5	57.0

TABLA 7.2 (b)

FUMARICO : GRENETINA		
FORMULACION	PROPORCION	PORCIENTO DE ACIDEZ
32 : 08 : 60	80 : 20	28.7
45 : 05 : 50	90 : 10	43.9
47 : 11.7 : 41.3	25.48 : 74.52	45.8

TABLA 7.3

MICROENCAPSULADOS OBTENIDOS EN EQUIPO DE SECADO

ACIDO	ENCAPSULANTE	EQUIPO	PROPORCION	PORCIENTO DE ACIDEZ
C I T R I C O	MALTODEX	SECADOR DE ESP.	70 : 30	74.62
	GOMA ARABIGA AZUCAR	BOMBO	96 : 04	96.07
		BOMBO	96 : 04	91.39
FUMARICO	GRENETINA AZUCAR	LECHO F.	22.5 : 77.5	22.29
FOSFORICO	MALTODEX	SECADOR DE ESP.	25.7 : 74.3	17.7

ACIDO	ENCAPSULANTE.	EQUIPO	PROPORCION	VIT. C INDOF.	VIT. C - YODOMET
VIT. "C"	GOMA - ARABIGA	BOMBO	80 : 20	77.88	76.306

TABLA 7.4

DETERMINACION DEL PORCIENTO DE ACIDO ASCORBICO

GELIFICANTE	PROPORCION INICIAL.	PROPORCION FINAL.	% VIT. C. YODOMETRICO INICIAL...	% VIT. C. INDOFENOL INICIAL...	% VIT. C. YODOMETRICO AL MES	% VIT. C. INDOFENOL AL MES.
GRENETINA AZUCAR	11.76:10:69:24 53.47	15.20:13.81:1.9 69.09	12.83	14.72	11.41	12.85
GOMA - ARABIGA	19.25:17.39:63.36	49.98:45.16:4.84	49.4	48.81	46.09	48.7
C M C	30 : 02 : 68	92.12:6.18:1.05	92.12	92.76	84.43	86.24
MALTODEX.	19.16:17.24:63.6	49.84:44.85:5.31	42.5	45.59	41.13	42.99
VITAMINA "C" PURA			102.845			

TABLA 7.5

PORCIENTO DE PROTEINAS  
POR EL METODO DE MICROKJELDAHL

FORMULACION A NIVEL LABORATORIO				
FUMARICO : GRENETINA				
FORMULACION INICIAL.	% ACIDEZ TITULABLE	PORCIENTO PROTEINAS	HUMEDAD	AZUCAR
H <sup>+</sup>	77.66			
ENCAPSULANTE		18.72		
H <sub>2</sub> O			3.62	
FORMULACION EN LECHO FLUIDIZADO				
FUMARICO : GRENETINA				
H <sup>+</sup>	22.99			
ENCAPSULANTE		3.02		
H <sub>2</sub> O			1.4	
AZUCAR				73.39

TABLA 7.6

ENCAPSULAMIENTO DE DIVERSOS ACIDOS ORGANICOS

CUADRO GENERAL DE RESULTADOS

ACIDO UTILIZADO	RANGO DE ENCAPSULAMIENTO OPTIMO	GRENETINA	GOMA ARABIGA	C M C	MALTODEX-TRINAS
C I T R I C O	90:10 - 50:50	25:25:50 54: 6:40			
	90:10 - 50:50		48:12:40 51: 9:40 63: 7:30		
	90:10 - 75:25			39: 1:60	
	70:30 - 50:50				45.5:19.5:35
F U M A R I C O	70:30 - 90:10	18:2:20:60 57:13:30 42:1:6:20:33,3			
	80:20 - 50:50		NO SE INCORPORA *		
	95:05 - 80:20			NO SE INCORPORA	
	85:15 - 50:50				NO SE INCORPORA *
A S C O R B I C O	80:20 - 50:50	12:11:24:53			
	80:20 - 50:50		19:17:64		
	NO EXISTE			30: 2 :68	
	80:20 - 50:50				19:17:64
FOSFORICO	40:60 - 25:75	9:26:65			
	40:60 - 25 - 75				9:26:65
ADIPICO	90:10 - 50:50	NO INCORPORADO *		NO INCORPORADO.	
	80:20 - 50:50		NO INCORPORADO.		NO INCORPORADO. *

\* Parcial disolución del ácido con asentamiento

RECOMENDACIONES DE EQUIPO PARA PROCESO DE SECADO

ACIDO UTILIZADO	ENCAPSULANTE	EQUIPO DE SECADO RECOMENDABLE PARA EL PROCESO.
CITRICO.	Grenetina Goma - Arábiga Maltodex- trinas. C. M. C.	Bombo, Lecho F., *Sec. de Esp., L. F. tipo Würster . Excepto CMC los demás encapsulantes pueden secarse en Por su poca fluidez el CMC debe aplicarse en bombo o lecho. Fluidizado
FUMARICO	Grenetina Goma - Arábiga. Maltodex- trinas. C. M. C.	Bombo, lecho fluidizado y L. F. tipo Würster . No se recomienda *Sec. de esp., porque el ácido podría estar parcialmente disuelto y afectar las espreas del equipo - por abrasión.
ASCORBICO	Grenetina Goma - Arábiga Maltodex- trinas C. M. C.	Exclusivamente en *Sec. de esp., y con los tres primeros encapsulantes pues con CMC implica un proceso de mucha exposición a las temperaturas con la consecuente degrada ción de su actividad vitamínica.
FOSFORICO	Grenetina Maltodex- trinas	*Sec. de esp., ; dado que es un líquido de gran actividad y no es posible exponer por mucho tiempo al encapsulante.
	Grenetina Goma Aráb.	La escasa disolución del ácido implica la aplicación exclu siva de procesos de recubrimiento mecánicos como son: --
ADIPICO.	Maltodext. C. M. C.	lecho fluidizado y Lecho F. tipo Würster .

\* Secador de espreas.

## CONCLUSIONES

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La obtención eficaz de los microencapsulados es posible -- gracias al manejo adecuado de proporciones entre las sustancias utilizadas, y las condiciones necesarias para su obtención en los diversos equipos de secado.

Los beneficios que se pueden obtener de la microencapsulación son múltiples, ya que por ejemplo se puede prevenir una -- reacción prematura indeseable de los ácidos orgánicos con otros ingredientes, como gomas, pectinas etc. Con respecto a los colorantes de los alimentos se puede prevenir la reacción oxidativa entre los ácidos y los colorantes, hay control de consistencia del sabor por medio del control del tiempo de liberación de los ácidos orgánicos microencapsulados, los cuales serán liberados en el tiempo deseado en la preparación alimenticia. Hay control de la higroscopicidad lo cual extiende su vida de anaquel y permite su uso en mezclas preparadas para realzar el sabor. Con el uso de coberturas solubles en formulaciones para bebidas en polvo, estas pueden ser acidificadas después de la adición de agua. El ácido microencapsulado tiene mayor grado de manejo y fluidez a través de este proceso que no daña ni apelmaza el material. -- Los ácidos como en el caso del áscorbico se encuentran debidamente protegidos del medio que los rodea.

Específicamente la conclusión para cada ácido con el respectivo gelificante es la siguiente.

**Cftrico : Grenetina**

Fácil obtención de microencapsulados con buen tiempo de secado y la obtención de buen producto, siendo recomendable usar la proporción más baja posible con respecto al encapsulante para que el tiempo de secado sea menor y la obtención de los microencapsulados sean más fluidos en su manejo, asegurando la obtención de un buen producto.

El equipo recomendable para el secado es un secador de espreas y el bombo.

**Cftrico : Carboximetil Celulosa.**

Posible obtención de microencapsulados en una proporción baja de encapsulante con respecto al ácido.

Por presencia de baja fluidez se recomienda secar en charolas o tunel de secado de preferencia con una corriente de aire seco, continuando con una molienda cribando a un malla determinado y terminando con un secado final homogéneo. No se asegura un encapsulado óptimo.

Cítrico : Goma Arábica.

Fácil obtención de microencapsulados con buen secado dentro del rango dado de encapsulamiento, además de buena fluidez para adecuado manejo.

El equipo recomendable para el secado es : un secador de espreas, bombo y lecho fluidizado.

Fumárico : Grenetina.

Obtención de buenos microencapsulados los cuales presentan buena fluidez para su fácil manejo e integración.

La pérdida de humedad es muy rápida en estas formulaciones, tanto que a temperatura ambiente logran secarse, además que forman geles reversibles con la refrigeración.

Se recomiendan los siguientes puntos para la obtención de microencapsulados en el secado.

- 1) . Gelificación de muestras en refrigeración.
  - . Extrusión en pequeños trozos.
  - . Secado en charolas o túnel de secado con aire seco a temperatura baja ( T - 30°C ).
    - . Molienda con tamizado posterior.
    - . Secado final homogéneo.
- 2) - Gelificación de muestras en refrigeración.
  - Secado a temperatura ambiente ( T - 26°C ) de muestra extruí

da o extendida.

- Si se desea acelerar el secado, continuar en el lecho -- fluidizado.
- Molienda.
- Secado final homogéneo.

Los microencapsulados obtenidos son de fácil disolución e incorporación.

Con la adición de azúcar aumenta la viscosidad del gel -- pero también aumenta el tiempo de secado y la necesidad de aumentar la temperatura del mismo, con el riesgo de afectar al producto (caramelización), por lo que se recomienda que la -- concentración de azúcar no exceda un 5% en la formulación líquida.

Fumárico : Maltodextrinas

Obtención fácil de microencapsulados, con buenas características y fácil manejo.

Su obtención puede efectuarse en bombo, lecho fluidizado y secador de espreas.

Fumárico : Carboximetil Celulosa.

Dificultad para la obtención de microencapsulados por -- gran captación de agua del encapsulante y del ácido por lo que la fluidez es muy baja. Se recomienda procesar en bombo o secar en charolas con aire, con molienda posterior a un cribado-

a fin de obtener la malla indicada y un secado homogéneo.

Hay posibilidad de usar el lecho fluidizado si la muestra está parcialmente seca y extruida, para secar completamente y después molerla y también con un secado final homogéneo. No se asegura un óptimo encapsulamiento.

Fumárico : Goma Arábiga.

Obtención difícil de microencapsulados ya que en solución el ácido ataca al encapsulante. Por lo que lo recomendable sería encapsularlo en bombo o en lecho fluidizado tipo Würster, - no elevando la temperatura más de 70°C ya que se corre el riesgo de que el ácido ataque la cobertura.

Ascórbico : Grenetina.

Fácil y buena obtención de microencapsulados, recomendable usar menor cantidad de encapsulante con respecto al ácido - de acuerdo al rango establecido, para la obtención de microencapsulados fluidos y en menor tiempo de secado, aunque si se desea obtener mayor protección se puede usar mayor cantidad de encapsulante, sólo que el tiempo de secado aumentará y disminuirá algo la fluidez. El equipo de secado recomendable es, el secador de espreas y el lecho fluidizado tipo Würster.

Ascórbico : Goma Arábiga.

Fácil obtención de microencapsulados, buen secado y manejo de ellos. El equipo recomendado para el secado es el secador

de espreas y el lecho fluidizado tipo Würster. Aunque en mejor instancia el primer equipo mencionado. Porque el tiempo de secado es muy corto y el ácido no está demasiado expuesto.

Ascórbico : Carboximetil Celulosa.

Dificultad para la obtención de microencapsulados por la carencia de incorporación del ácido en el encapsulante. Además de que el secado para la obtención de los microencapsulados se ría en charolas ó túnel de secado, lo que provoca mucho tiempo de exposición por lo tanto el ácido es afectado y se deteriora facilmente lo que hace que el método de secado sea poco eficiente.

Ascórbico : Maltodextrinas.

Buena obtención de microencapsulados con fácil manejo y buen secado. Los equipos de secado para la obtención de los microencapsulados son; secador de espreas, lecho fluidizado tipo Würster y bombo.

Adípico : Grenetina.

Los microencapsulados pueden ser obtenidos en la misma forma que los obtenidos de Fumárico : Grenetina ya que presentan características similares.

Adípico : Carboximetil Celulosa.

No es posible la obtención de microencapsulados con este encapsulante, ya que hay ataque del ácido a este y también su

incorporación no es completa.

**Adípico : Goma Arábiga.**

La obtención de los microencapsulados es posible en bombo o lecho fluidizado, y a muy baja concentración de sólidos en un secador de espreas.

**Fosfórico : Grenetina.**

Buena obtención de microencapsulados recomendando secar en un secador de espreas, ya que si persisten en solución más de dos horas el ácido-encapsulante, hay ataque al encapsulante, y con este equipo el secado es más rápido y eficaz.

**Fosfórico : Maltodextrinas.**

La obtención de los microencapsulados puede ser en un secador de espreas, con las mismas recomendaciones que en la formulación anterior.

Los microencapsulados son un proceso de cobertura-partícu la para ingredientes alimenticios, los cuales llevan valores funcionales adicionados a estos ingredientes y asegurando su máxima efectividad en formulaciones alimenticias.

Los sistemas alimenticios de microencapsulados proporcionan revelados alimenticios con caminos de criterios de selección de productos, para calidades tales como mayor vida de anaquel, procesamiento eficiente, flexibilidad en distribución y condiciones de almacenamiento, y los significados de garantía

de preparación simple para el consumidor.

Las mejoras que se pueden obtener con los microencapsulados de ácidos orgánicos son:

- . Ayuda de procesamiento.
- . Control de secuencia y tiempo de liberación.
- . Agente enmascarante de colores y sabores.
- . Protección ambiental (de calor, luz, mezclado, aire, etc.).
- . Barrera de componentes reactivos.
- . Estabilidad de sustancias volátiles.
- . Ayuda de empaçado.

La encapsulación de la "Vitamina C" ofrece una solución a la inestabilidad de la vitamina, y la protege de la degradación.

La encapsulación enmascara el color oscuro de polvos de fierro, tales como electrolitos en mezclas secas.

En algunas ocasiones se elimina la posibilidad de oxidación en el empaque.

Se previene la pérdida de sabor.

Se asegura un flujo libre del producto por eliminación de apelmazamiento debido a la absorción hidratante de la mezcla.

La microencapsulación amplía los campos de acción tanto a nivel tecnológico como de nuevas aplicaciones comerciales.

Los productos alimenticios en que pueden ser aplicados -- los ácidos orgánicos microencapsulados son los siguientes:

- . Pasteles preparados.
- . Productos de masas refrigeradas.
- . Bebidas en polvo.
- . Bebidas y productos lácteos.
- . Horneados fermentados.
- . Postres.
- . Productos de confitería.
- . Frutas enlatadas.
- . Vegetales enlatados.
- . Productos cárnicos.
- . Productos del mar.
- . Rellenos de pastelería.
- . Jaleas.
- . Conservas de frutas.

- . Entremeses.
- . Pudines.
- . Dulces duros.
- . Tabletas.
- . Fondants.
- . Postres fríos.
- . Helados.
- . Sorbetes.
- . Procesamiento de grasas y aceites.
- . Quesos.

Los ácidos en general pueden ser utilizados como modificadores de textura, integradores de sabor, estabilizadores de pH, agentes preservativos, fortificadores como en el caso del ácido ascórbico, etc.

Con respecto a los equipos de secado se puede decir que, en un rápido análisis de disponibilidad y economía, es posible ordenarlos de la siguiente manera:

Bombo.

Lecho Fluidizado.

Secador de espreas.

**Lecho Fluidizado tipo Würster.**

siendo el primero el de más fácil acceso y manejo; uno de los equipos más usados es el secador de espreas, por su corto tiempo de exposición a las altas temperaturas además de otras ventajas adicionales dependiendo de la formulación trabajada. Dando por hecho que la elección del equipo dependerá en gran parte de las necesidades y posibilidades de cada empresa, además de las características del material de interés a encapsular para su adaptación en el equipo de secado más disponible.

## BIBLIOGRAFIA

- 1) Andrés C.  
Encapsulated Acids Furnish Greater Flexibility in Meat/  
Poultry Operations.  
Food Processing, June 1935, p. 35.
- 2) Andrés C.  
Time-Release Encapsulated Acids permit wider usage  
Applications.  
Food Processing, November 1979, p. 34 - 35.
- 3) Anónimo  
Greater Stability for Encapsulated Flavors.  
Food Engineering, November 1982, p. 59.
- 4) Anónimo  
Encapsulation Protects Citrus Oils for use in Dry Mixes.  
Food Technology, July 1977, p. 37.
- 5) Chen, Wen Liang.  
Microencapsulation Technology.  
Shih P' in Kung Yeh (Taiwan) 1981, p. 13 - 20.
- 6) Crocker D. C. & Pritchett D. E.  
Improved Encapsulated Citrus Oils.  
Food Technology, January 1979, p. 30 - 32.

- 7) EL, Banna  
The Construction and Use of Factorial Design in Fluidized Bed Microencapsulation.  
Pharma. Ind., 1982 (England), p. 44-49.
- 8) Fanger, G. O.  
What good are Microcapsules ?  
Chem. Technology, 1974, p. 397 - 405
- 9) Fukushima, Mitsuro.  
Microencapsulation of oils for Food Flavoring.  
Jpn. Tokkyo r., Julio 1973. p. 119 - 121.
- 10) Gardner, G. L.  
Manufacturing Encapsulated Products.  
Chem. Engineering Progress, (Vol. 62, No. 4), April 1966,  
p. 87 - 91.
- 11) Gillenwater, D. L.  
Trouble-shooting your Spray Dryer.  
Food Engineering, October 1980, p. 104 - 106.
- 12) Goodwin, J. Somerville, G. R.  
Microencapsulation by Physical Methods.  
Chemical Technology, October 1974, p. 623 - 626.
- 13) Gorton, L. A.  
Encapsulation Stabilizes Vitamin C in Cupcakes.  
Baking Industry, January 1981, p. 28.

- 14) Gutcho, M. H.  
Microcapsules and Microcapsulation Techniques.  
Noyes Data Corporation.  
Park Ridge, New Jersey, USA. 1976.
- 15) Jensen, J. D.  
Agglomerating, Instantizing, and Spray Drying.  
Food Technology, June 1975.
- 16) Kata, Mihaly.  
Microencapsulation by Spray Drying.  
Acta Pharm. Hung. 1983, p. 53.
- 17) Lachman, L. Lieberman, H. A. Kaning, J. L.  
The Theory and Practice of Industrial Pharmacy.  
Ed. Lea & Febiger Philadelphia, 1976.
- 18) Lee, D. A.  
Classifying and Selecting Spray Dryers.  
Chem. Engineering Progress, March 1981. p. 34- 38.
- 19) LI. Rong Sheng.  
Microencapsulation by the Spray-Drying Process.  
Zhongcaoyao 1982 (China), p. 13.
- 20) Loporto, John.  
Cold Water - Soluble Fumaric Acid.  
P. Chemical Technology, Int. Appl., Nov. 1980, p. 545-560.

- 21) Thiel, H. J.  
Fluidized Bed Film Coating of an Ordered Powder Mixture to Produce Microencapsulated Ordered Units.  
J. Pharm. Pharmacology, March 1984, p. 145 - 152.
- 22) Vandegaer, J. E.  
Microencapsulation Proceedings.  
American Chemical Society Symposium.  
New York 1973.
- 23) Watanabe, Akio.  
Industrial Applications of Microencapsulate Technology.  
Shikizai Kyo Koishi, (japón) 1982, p. 55 - 63.
- 24) Werner, L. E.  
Encapsulated Food Acids.  
Cereal Foods World.  
Vol. 25, No. 3, p. 102 - 103. March 1980.
- 25) Würster, D. E.  
Air Suspension Technique of Coating Drug Particles.  
Journal of the American Pharmaceutical Association.  
Vol. XLVIII No. 8, August 1959, p. 451-454.