

# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

CENTRO INTERDISCIPLINARIO DE INVESTIGACIÓN  
PARA EL DESARROLLO INTEGRAL REGIONAL UNIDAD OAXACA



Maestría en Ciencias en Conservación y Aprovechamiento de Recursos  
Naturales  
(Ingeniería)

## Tesis de Maestría:

**Secado por aspersión de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y su efecto en las propiedades reológicas de los polvos reconstituidos**

Presenta: Frank Manuel León Martínez

Dirigida por:

Dr. Juan Rodríguez Ramírez

Dr. Luis Medina Torres



**INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL**  
**SECRETARIA DE INVESTIGACION Y POSGRADO**

*ACTA DE REVISION DE TESIS*

En la Ciudad de Oaxaca de Juárez siendo las 13:00 horas del día 07 del mes de mayo del 2010 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación del **Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca (CIIDIR-OAXACA)** para examinar la tesis de grado titulada: **"Secado por aspersión de mucilago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y su efecto en las propiedades reológicas de los polvos reconstituidos"**

**León**

Apellido paterno

**Martínez**

materno

**Frank Manuel**

nombre(s)

Con registro: 

A	0	8	0	3	5	3
---	---	---	---	---	---	---

aspirante al grado de: **MAESTRÍA EN CIENCIAS EN CONSERVACIÓN Y APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES**

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACION DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISION REVISORA  
 Director de tesis

Dr. Juan Rodríguez Ramírez

Dr. Luis Medina Torres

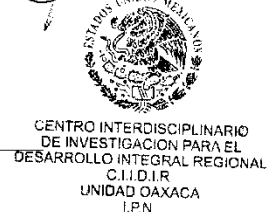
Dra. Lilia Letcia Méndez Lagunas

Dra. Luicita Lagüez Rivera

Dr. Prisciliano Felipe de Jesús Cano Barrita

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

Dr. Juan Rodríguez Ramírez



# CESIÓN DE DERECHOS



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

## CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de Oaxaca de Juárez el día **07** del mes **mayo** del año **2010**, el (la) que suscribe **León Martínez Frank Manuel** alumno (a) del Programa de **MAESTRÍA EN CIENCIAS EN CONSERVACIÓN Y APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES** con número de registro **A080353**, adscrito al Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. Juan Rodríguez Ramírez y cede los derechos del trabajo titulado: **"Secado por aspersión de mucilago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y su efecto en las propiedades reológicas de los polvos reconstituidos"** al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección **Calle Hornos 1003, Santa Cruz Xoxocotlán, Oaxaca**, e-mail: [posgradoax@ipn.mx](mailto:posgradoax@ipn.mx) ó [leon-frk@hotmail.com](mailto:leon-frk@hotmail.com) Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

**León Martínez Frank Manuel**



CENTRO INTERDISCIPLINARIO  
DE INVESTIGACION PARA EL  
DESARROLLO INTEGRAL REGIONAL  
C.I.I.D.I.R.  
UNIDAD OAXACA  
I.P.N.

## RESUMEN

Actualmente existe un interés por la utilización integral de la especie *Opuntia ficus indica*, debido a su capacidad para desarrollarse en ambientes adversos. Sus frutos, tallos y extractos son aprovechados en diversos usos. En especial, el mucílago ha sido motivo de estudio por sus propiedades fisicoquímicas y reológicas. Sin embargo, la vida útil del extracto es muy limitada, debido su alta actividad de agua ( $> 0.8$ ) y composición química (polisacáridos).

La estabilización del bio-polimero no ha sido investigada a fondo, y es importante un análisis de alternativas de procesamiento si se desea su producción a una escala industrial.

Extractos acuosos de mucílago de *O. ficus indica* fueron secados por aspersion a escala piloto sin la adición de agentes de secado. Este tipo de estudios auxilian en la determinación de factores que afecten el proceso, así como en su optimización en función de la respuesta del material, sin la necesidad de invertir grandes recursos económicos. Un diseño factorial  $2^3$  aumentado con tres puntos centrales fue implementado para analizar el efecto de las condiciones de secado en las propiedades de mucílago deshidratado. Los efectos de la temperatura de aire a la entrada del secador ( $T_e$ ), la velocidad de flujo de alimentación de mucílago ( $F_a$ ), y la velocidad de atomización ( $V$ ) sobre las propiedades reológicas (elásticas y viscosas), así como en la distribución de tamaño de partícula de las disoluciones reconstituidas de mucílago a diferentes concentraciones fueron evaluados. Adicionalmente, los efectos de las condiciones de secado por aspersion en las propiedades de los polvos densidad aparente, contenido de humedad residual, y rendimiento de polvos se consideraron.

Se eligió una muestra de mucílago para determinar temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), comportamiento de adsorción de agua, y morfología de partícula. Los resultados indicaron que los polvos de mucílago tienen baja higroscopicidad para  $a_w < 0.6$  y con una  $T_g$  mayor que la temperatura ambiente. Todas las disoluciones de mucílago exhibieron un comportamiento de fluido no-Newtoniano del tipo “adelgazamiento a la cizalla”, con propiedades viscoelásticas importantes, con una estructura de partículas aglomeradas. Las mejores condiciones de secado encontradas para producir polvos de mucílago de bajo contenido de humedad, alta densidad aparente, y propiedades reológicas aceptables fueron con una  $T_e=130$  °C, un  $F_a=2.3$  L/h, y una  $V= 21000$  rpm.

## ABSTRAC

Currently, there is a marked interest by the use of the specie *Opuntia ficus indica*, due to its ability to develop in adverse environments. Fruits, stems and extracts are used to multiple uses. In particular case, the mucilage generated by this species has been studied by its physicochemical properties and rheological properties. However, the shelf life of the extract is very limited, given its high water activity ( $>0.8$ ) and chemical composition (polysaccharides).

The bio-polymer stabilization has not been studied thoroughly, and is of vital importance an analysis of processing alternatives if it industrial level is wished.

In this study was evaluated the use of the spray drying in aqueous extracts of *O. ficus indica* mucilage without the addition of a drying agent at pilot scale. These studies may help in the determination of factors that affecting the drying process, as well in the process optimization in function of material response, without the needs to invert much economic resources. A  $2^3$  factorial design with three central points was used for analyze the effects of the spray-drying conditions on the dehydrated mucilage properties. The effects of inlet air temperature, feed flow rate, and atomizer speed on the rheological properties (elastic and viscous), as well the particle size distribution of mucilage reconstituted solutions at different concentrations were evaluated. In addition, the effects of the drying conditions on powder properties bulk density, moisture content, and yield were considered. It was elected a sample of mucilage powder to determine glass transition temperature ( $T_g$ ), water adsorption behavior, and particle morphology.

The results indicated that mucilage powders obtained had low higroscopicity for  $a_w < 0.6$  and with values of  $T_g$  higher than the room temperature. In general, the mucilage reconstituted solutions exhibited a non-Newtonian “shear thinning” behavior, with important viscoelastic properties at high concentrations, composed of particles in agglomerated structure. The best spray drying conditions founded for the production of mucilage powder with low moisture content, high bulk density, and acceptable rheological properties were with inlet temperature of 130 °C, a feed flow rate of 2.3 L/h, and speed atomizer of 21000 rpm.

## **DEDICATORIA**

A *Dios* (singular-plural) por generar vida ya que en su camino se obtienen toda clase de experiencias.

A *mis padres, hermanos, amigos y todos aquellos seres* que hacen placentera la estancia en este mundo, generando los exquisitos momentos de felicidad.

## AGRADECIMIENTOS

*A todos aquellos personajes* que participaron consiente e inconscientemente durante la realización del presente trabajo.

En especial a mis directores de tesis, del CIIDIR-IPN-Oaxaca al *Dr. Juan Rodríguez Ramírez* y de la facultad de Ingeniería Química de la UNAM al *Dr. Luis Medina Torres*, por su invaluable apoyo, acertados consejos y amistad compartida.

A la *Dra. Lilia Méndez Lagunas* por los consejos brindados y el apoyo otorgado.

A la *Dra. María José Bernard Bernard* investigadora y profesora de la UNAM por las facilidades prestadas en su laboratorio, al *Dr. Abraham Faustino Vega* y la *M. en C. Lorena García García* por su apoyo técnico y amistad compartida.

Al *M. en C. Carlos Orozco Álvarez* de la UPIBI-IPN por su apoyo en el secado por aspersion y la experiencia compartida.

Al *Instituto Politécnico Nacional (IPN)* por la beca institucional para llevar a cabo mi estancia de investigación en la UNAM.

Al *Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI)* por la beca otorgada durante los periodos: Enero-Diciembre 2008 y Enero-Diciembre 2009

Al *Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT)* por la beca otorgada durante mis estudios de posgrado.

# INDICE GENERAL

Lista de Figuras	
Lista de Tablas	
Abreviaturas	
Simbología	
Letras griegas	

## CAPITULO 1

### PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1.Introducción	1
1.2.Planteamiento del problema	3
1.3.Justificación	5
1.4.Objetivos	7
1.4.1.Objetivo general	7
1.4.2.Objetivos específicos	7
1.5.Hipótesis	7

## CAPITULO 2

### ANTECEDENTES Y MARCO TEÓRICO

2.1.Antecedentes	9
2.2.El nopal ( <i>Opuntia ficus indica</i> )	13
2.2.1.Generalidades	13
2.2.2.Mucílago de <i>Opuntia ficus indica</i>	15
2.3.Secado por aspersión (SA)	18
2.3.1.Principios básicos	18
2.3.2.Importancia del secado por aspersión	19
2.3.3.Ventajas y desventajas	20
2.3.4.Principios básicos del secado por aspersión	20
2.4.Reología	26
2.4.1.Definiciones de conceptos reológicos	27
2.4.2.Fluidos	31
2.4.3.Descripción matemática de curvas de flujo	34



2.4.4.Viscoelasticidad	36
------------------------	----

### **CAPITULO 3**

#### **MARCO METODOLÓGICO**

3.1.Diseño experimental	41
3.2.Materiales y métodos	42
3.2.1.Material	42
3.2.2.Extracción de mucílago	42
3.2.3.Secado por aspersión (SA)	42
3.2.4.Mediciones físico-químicas	44
3.2.5.Preparación de la muestra testigo, liofilización (SL)	49
3.2.6.Preparación de las disoluciones de mucílago	50
3.2.7.Mediciones reológicas	50
3.2.8.Distribución de tamaño de partícula (DTP)	51
3.2.9.Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	51
3.2.10.Microscopía electrónica de barrido	52

### **CAPITULO 4**

#### **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

4.1.Elección del método de extracción	54
4.2.Efecto de las condiciones de secado en las propiedades reológicas	56
4.2.1.Efecto de la concentración en la viscosidad	56
4.2.2.Efecto de $T_e$ , $F_a$ y $V$ en la viscosidad	61
4.2.3.Efecto del secado por aspersión en la viscoelasticidad	66
4.3.Efecto de las condiciones de secado en las propiedades fisicoquímicas de los polvos	72
4.3.1.Efecto en el rendimiento	72
4.3.2.Efecto en el contenido de humedad	75
4.3.3.Efecto en la temperaturas del aire a la salida del secador	76
4.3.4.Efecto en la densidad aparente	77
4.4.Caracterización de los polvos	78
4.4.1.Distribución de tamaño de partícula de los polvos de mucílago	78
4.4.2.Temperatura de transición vítrea	81
4.4.3.Comportamiento de adsorción de agua	84

4.4.4.Morfología de partícula	87
-------------------------------	----

## **CAPITULO 5**

### **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

5.1.Conclusiones	91
5.2.Recomendaciones	92
Referencias	93
Anexos	99

## LISTA DE FIGURAS

2.1. <i>Opuntia ficus indica</i> (L.) Mill	15
2.2. Propuesta de estructura parcial para el mucílago de <i>Ofi</i>	16
2.3. Esquema de un secador por aspersion con flujo de aire-rocío paralelo	18
2.4. Etapas del proceso de secado por aspersion	21
2.5. Esquema de un atomizador rotatorio	22
2.6. Tipos de arreglos aire de secado-rocío	24
2.7. Reología, su lugar entre otras ciencias considerando problemas aplicados	26
2.8. Deformación extensional a volumen constante $\varepsilon = \gamma_{yz} = (\gamma_{xx} + \gamma_{yy})$ , Y es el módulo de Young	27
2.9. Deformación de cizalla $\gamma = \gamma_{xz} = \gamma_{zx}$ , G es el módulo de cizalla	28
2.10. Las deformaciones y los esfuerzos son tensores	28
2.11. El gradiente de velocidad se genera cuando un fluido es cizallado	30
2.12. Clasificación de los fluidos	32
2.13. Viscosidad aparente contra velocidad de corte en fluidos newtonianos y no-Newtoniano independiente del tiempo (a); esfuerzo cortante contra velocidad de corte en fluidos newtonianos y no-Newtonianos independiente del tiempo (b).	32
2.14. Representación de las varillas desorientadas dentro del fluido, habiendo aplicado una fuerza sobre la placa superior	33
2.15. Los filamentos se van desenredando conforme aumenta la velocidad debido al movimiento de la placa superior	34
2.16. Curva maestra para los módulos de almacenamiento y de pérdida en el dominio de la frecuencia	39
3.1. Secador por aspersion Niro®, Production Minor.	44
3.2. Reómetro de esfuerzos controlados TA Instrument®, AR 2000	50
4.1. Efecto de la concentración (1, 3 y 6 %) de mucílago en la viscosidad a la cizalla simple a 25°C	56

4.2.Efecto de la temperatura de secado para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B4 y B3 (A), Muestras B8 y B7 (B), Muestras B2 y B1 (C)	62
4.3.Efecto de la presión para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones, Muestras B4 y B2 (A), Muestras B3 y B1 (B), Muestras B8 y B6 (C)	64
4.4.Efecto del flujo de alimentación para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B8 y B4 (A); Muestras B6 y B2 (B); Muestras B7 y B3 (C)	65
4.5.Efecto de concentración en las componentes viscoelásticas ( $G'$ y $G''$ ) para un ángulo de frecuencia fijo de 10 rad/s, $G'$ versus concentración(A), $G''$ versus concentración (B)	66
4.6.Espectro mecánico para C1 y SL a diferentes concentraciones % (p/v), $G'$ versus concentración (A), $G''$ versus concentración (B)	68
4.7.Espectro mecánico para la muestra SA a 150°C que presentó el efecto Weissenberg a una concentración del 7.8 % (p/v) y para la muestra SL	69
4.8.Efecto de los factores de secado a sobre las componentes viscoelásticas para una frecuencia angular de 10 rad/s, efecto de $T_e$ en $G'$ y $G''$ (A), Efecto de V en $G'$ y $G''$ (B), Efecto de $F_a$ en $G'$ y $G''$ (C)	71
4.9.Efecto de los factores de secado sobre el rendimiento de polvos (%), efecto de $T_e$ y $F_a$ (A), efecto de V y $F_a$ (B)	73
4.10.Problemas de escurrimiento de mucílago sobre la pared de la cámara de secado	75
4.11.Efecto de los factores de secado sobre el contenido de humedad residual de los polvos, efecto de $T_e$ y $F_a$ (A), efecto de $F_a$ y V (B)	76
4.12.Gráfico de cajas para la densidad aparente en función de la $T_e$	77
4.13.Distribución de tamaño de partícula de los polvos producidos por SA y del polvo SL, todos a una concentración del 6% (p/v)	79

4.14. Termograma de mucílago de <i>Ofi</i> deshidratado por aspersión ( $X_{bs}=7.2\%$ )	82
4.15. Termograma para la goma de mucílago de <i>Ofi</i>	83
4.16. Isotermas de adsorción de agua para mucílago en polvo SA	84
4.17. Calor isostérico total de adsorción de agua en función de $X_{eq}$	87
4.18. Micrografías de mucílago liofilizado, estructura altamente porosa (A); acercamiento de a la estructura porosa (B)	87
4.19. Micrografías de mucílago SA (C1), mucílago a una $a_w=0.2$ (A) y (B), mucílago hidratado a una $a_w=0.4$ (C) y (D)	88

## LISTA DE TABLAS

2.1. Rendimientos de mucílago y composición química (g/100 g)	16
2.2. Peso Molecular (PM), azúcares y ácido urónico presentes en el mucílago de <i>Ofi</i>	17
2.3. Parámetros del modelo de Cross para algunos materiales	35
3.1. Diseño factorial $2^3$ con 3 corridas centrales	41
3.2. Especificaciones del secador	43
3.3. Soluciones saturadas de sales y su correspondiente $a_w$	47
4.1. Rendimientos y viscosidad en la alimentación para disoluciones al 1 % (p/v) de mucílago SA a nivel laboratorio	55
4.2. Parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para mucílago SA a nivel laboratorio	55
4.3. Datos reológicos para las disoluciones de los polvos de mucílago a diferentes concentraciones	58
4.4. Parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para mucílago y goma	60
4.5. Rendimiento, contenido de humedad, densidad aparente y temperatura de aire a la salida del secador	72
4.6. Parámetros de distribución de tamaño de partícula para disoluciones de mucílago al 6 % (p/v)	81
4.7. Parámetros de BET y GAB para mucílago SA	85

## ABREVIATURAS

<i>Ofi</i>	<i>Opuntia ficus indica</i>
ANOVA	Análisis de varianza
PM	Peso Molecular
SA	Secado por aspersión
SL	Secado por liofilización
AOAC	American Organization of Analytic Chemical
DTP	Distribución de tamaño de partícula
ASE	Área de superficie específica
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
MEB	Microscopio electrónico de barrido
HR	Humedad relativa
GAB	Ecuación de sorción de Guggenheim-Anderson-de Boer
BET	Ecuación de sorción de Brunauer-Emmett-Teller
MC	Peso molecular crítico
EA	Extracción acuosa
EKOH	Extracción con escalde en una solución de hidróxido de potasio al 1%
C	Extracción por compresión mecánica de los cladodios
s.s.	Sólido seco
bs	Base seca
$T_e$	Temperatura de aire en la entrada
$T_s$	Temperatura de aire en la salida
$F_a$	Velocidad de flujo de alimentación de mucílago
V	Velocidad del atomizador
A Gal	Ácido galacturónico
Ara	Arabinosa
Ram	Ramnosa
Xil	Xilosa
Gal	Galactosa
UF	Ultrafiltración
DE	Equivalentes de dextrosa

## SIMBOLOGÍA

n	Índice de comportamiento	sin dimensiones
k	Índice de consistencia	Pa.s <sup>n</sup>
G'	Modulo de almacenamiento	Pa
G''	Modulo de pérdida	Pa
a <sub>w</sub>	Actividad de agua	sin dimensiones
P <sub>w</sub>	Presión parcial de vapor de agua	atm
P <sub>w0</sub>	Presión de vapor del agua pura	atm
X <sub>eq</sub>	Humedad de equilibrio	sin dimensiones
m	Parámetro del modelo de Cross	sin dimensiones
K	Parámetro del modelo de Cross	s
F	Fuerza	N
Y	Modulo de Young	N/m <sup>2</sup>
G	Modulo de cizalla	N/m <sup>2</sup>
U	Velocidad	m/s
T <sub>g</sub>	Temperatura de transición vítrea	(°C)
Q <sub>st</sub>	Calor isostérico total de sorción	kJ/kg H <sub>2</sub> O
q <sub>sn</sub>	Calor isostérico neto de sorción	kJ/kg H <sub>2</sub> O
ASS	Área de superficie del sólido	m <sup>2</sup> /kg solido
pH	Concentración del ión hidronio	
y	Rendimiento de mucílago	% base peso

## LETRAS GRIEGAS

$\lambda$	Tiempo de relajación de	s
$\omega$	Frecuencia de oscilación	Hz o rad/s
$\delta$	Ángulo de desfase	grados
$\eta$	Viscosidad cortante	Pa.s
$\dot{\gamma}$	Velocidad de deformación	$s^{-1}$
$\eta_0$	Viscosidad a cizalla nula	Pa.s
$\eta_\infty$	Viscosidad a cizalla infinita	Pa.s
$\gamma$	Deformación relativa (strain)	sin dimensiones
$\mu$	Viscosidad dinámica o absoluta	Pa.s
$\sigma$	Esfuerzo	Pa
$\varepsilon$	Deformación tensional	sin dimensiones
$\tau$	Esfuerzos cortantes	Pa



De la presente tesis se desprendieron los siguientes trabajos:

## **ARTICULOS**

- León-Martínez, F. M., L. L. Méndez-Lagunas, Rodríguez-Ramírez, J. (2010). Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. Carbohydrate Polymer. (Anexo C)
- León-Martínez, F. M., Rodríguez-Ramírez, J., Medina-Torres, L., Faustino-Vega, A., Bernard-Bernard, M. J. (2010). Efectos de las condiciones de secado por aspersión sobre las propiedades reológicas de los polvos reconstituidos de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*). (En revisión y traducción)

## **CONGRESOS**

### *Nacionales*

- 4to Congreso Nacional Estudiantil de Investigación y 4to Congreso Nacional de Investigación Politécnica, del 10 al 14 de Noviembre de 2008 en Santa Cruz Xoxocotlán, Oaxaca. “Evaluación de la extracción de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) en el rendimiento de polvos secados por aspersión”.
- XXX Encuentro Nacional de la AMIDIQ, del 19 al 22 de mayo de 2009 en Mazatlán, Sinaloa. “Polisacáridos de mucílago de *Opuntia ficus indica* secados por aspersión y su comportamiento al flujo”.
- Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería, del 21 a 26 de junio de 2009 en Acapulco, Guerrero. “Estudio e innovación del deshidratado por aspersión de mucílago de nopal a nivel planta piloto”.
- 5to Congreso Nacional Estudiantil de Investigación y 5to Congreso Nacional de Investigación Politécnica, del 28 al 30 de octubre de 2009 en la ciudad de Querétaro, Qro. “Isotermas de adsorción de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) deshidratado por aspersión”.
- XXXI Encuentro Nacional de la AMIDIQ, del 4 al 7 de mayo de 2010 en Huatulco, Oaxaca. “Efecto de las condiciones de secado por aspersión en las propiedades de polvos de mucílago de nopal”.

### *Internacionales*

- 17th International Drying Symposium IDS2010 will be held in October 3-6, 2010, in Magdeburg/Germany. “Effect of the drying conditions on the rheological properties of nopal mucilage (*Opuntia ficus indica*)”. (Aceptado)
- 17th International Drying Symposium IDS2010 will be held in October 3-6, 2010, in Magdeburg/Germany. “Spray dried mucilage powders: characterization and effect of the drying conditions on the powder properties”. (Aceptado)

CAPÍTULO 1  
**PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

---

Un poco de ciencia aleja de Dios, pero mucha ciencia devuelve a él.

Louis Pasteur (1822-1895)

## 1.1. Introducción

Los mucílagos generalmente son hetero-polisacáridos obtenidos del tallo de vegetales (Trachtenberg & Mayer, 1981). Estudios previos han revelado que la composición química del mucílago de los cladodios de *Opuntia ficus indica* (*Ofi*), es una mezcla compleja de polisacáridos, de los cuáles al menos un 50 % se encuentran en forma de pectina (Matsuhira & cols., 2005). Cinco son los monosacáridos constituyentes del polímero, entre de ellos tenemos: L-arabinosa, D-galactosa, D-xilosa, L-ramnosa (Madjdoub & cols., 2001; Matsuhira & cols., 2005; McGarvie & Parolis, 1979; McGarvie & Parolis, 1981 a-b; Sáenz & cols., 2004; Trachtenberg & Mayer, 1981) y ácido D-galacturónico, este último compuesto llega a representar hasta el 23.4 % del total de los azúcares presentes (componente de la cadena pectínica) (Matsuhira & cols., 2005).

McGarvie & Parolis en 1981<sup>b</sup> proponen una estructura de enlace para los polisacáridos altamente ramificados en el mucílago, formada de unidades de ácido  $\alpha$ -D-galacturónico unidas 1 $\rightarrow$ 2 a unidades de  $\beta$ -L-ramnosa enlazada 1 $\rightarrow$ 4 con ramificaciones en el C-4, las ramificaciones son oligosacáridos de galactosa que llevan L-arabinosa y D-xilosa como sustituyentes.

Esta sustancia, ha sido objeto de diversos estudios desde la década de los 50s, y debido a su comportamiento reológico y características físico-químicas se han desarrollado diversas aplicaciones (Schirra, 1998), en ramos tales como: alimentos procesados (Del-Valle & cols., 2004), cosmetología, farmacéutica, materiales de construcción (Cárdenas & cols., 1998) y ambiental (Miller & cols., 2008). Medina & cols. (2000) así como Sáenz & cols. (2004) mencionan que el mucílago debe de ser considerado como una potencial fuente de hidrocoloides industriales, ya que tiene propiedades emulsificantes (goma natural).

En la actualidad, dos problemas principales se presentan al tratar de aplicar este material. El primero es el método de extracción, el cual influye en la composición del mismo (Sáenz & cols., 2004) y otro es la vida de anaquel, ya que debido a su composición y a una alta  $a_w$  tiende a ser atacada principalmente por microorganismos presentes en el ambiente, reduciendo entonces su vida útil a unos pocos días (~3-4).

Una alternativa practica de conservación del mucilago es el secado por aspersion (SA), esta técnica ofrece ciertos beneficios tales como: tiempos cortos de secado (s); genera

partículas esféricas; emplea temperaturas relativamente bajas; que permiten que algunas de las propiedades de los productos tales como el sabor, color y nutrientes, sean retenidos en un alto porcentaje (Masters, 1991; Shiga & cols., 2001); sirve para lechadas de sólidos que contienen partículas extremadamente finas las cuales tienen características de fluidos no-Newtonianos (Perry & Green, 20039), siendo este el comportamiento del mucílago en fresco (Medina-Torres & cols., 2000); además de facilitar la transportación y comercialización del producto.

Las propiedades reológicas como viscosidad, módulo elástico y módulo viscoso son de gran importancia para este tipo de materiales, ya que son la manifestación macroscópica de la estructura y arreglo molecular, esto se refleja en las múltiples aplicaciones para el mucílago. Por lo tanto, un producto seco una vez reconstituido debe de conservar en alto porcentaje la mayoría de sus propiedades, con un cambio mínimo o nulo de su estructura y conformación molecular. Mantener el comportamiento reológico del mucílago “fluido no-Newtoniano”, nos asegura la utilidad del mismo una vez reconstituido, por lo cual, es de suma importancia que las propiedades reológicas no se afecten durante el proceso de deshidratación.

## 1.2. Planteamiento del problema

Actualmente el mucílago de nopal tiene una gran potencialidad y diversificación en usos. Algunos investigadores mencionan una probable producción industrial del componente ya que podría emplearse como hidrocoloide industrial (Cárdenas & cols., 1998; Medina-Torres & cols., 2000; Sáenz & cols., 2004). Sin embargo, debido a su  $a_w$  ( $>0.8$ ) y a su composición química (polisacáridos) es susceptible al ataque microbiano limitando su vida de anaquel, la cual varía entre 1 y 3 días dependiendo de las condiciones de almacenamiento, principalmente la temperatura. Surge entonces la necesidad de estudiar alternativas de conservación que prolonguen la vida útil y permitan mejorar las características del mucílago. El secado por aspersión se considera como una alternativa para resolver el problema, ya que es un método muy utilizado en productos sensibles al calor (alimentos, compuestos bioactivos, polímeros de alto PM y productos farmacéuticos) (Perry & Green, 2003). Esta técnica ofrece ciertos beneficios a nuestro material, como lo son: tiempos cortos de secado [s], polvos de baja humedad, genera partículas esféricas, además de servir para lechadas de sólidos que contienen partículas extremadamente finas, las cuales tienen características de fluidos no-Newtonianos, siendo este el comportamiento del mucílago en fresco, que le confiere a su vez su funcionalidad, por lo cual es de suma importancia que las propiedades reológicas del mucílago no sean afectadas intensamente durante el secado.

El comportamiento termoplástico de este tipo de materiales, dificulta y en algunos casos imposibilita su deshidratación. Ésta característica es función de ciertos parámetros, tales como: la composición química del material así como a ciertas características físicas del polímero (temperatura de transición vítrea, peso molecular, arreglo estructural de la molécula, viscosidad, contenido de sólidos suspendidos, principalmente). La temperatura de transición vítrea " $T_g$ " (temperatura a la cual un polímero amorfo es transformado a un líquido viscoso o estado gomoso del sólido amorfo) (Jaya & Das., 2005), es el principal factor que indica si un material puede ser sometido a un proceso de secado. En algunos materiales (jugos de frutas) no es posible la utilización directa del producto en el proceso de SA y tienen que ser combinados con agentes externos, conocidos como acarreadores o materiales pared (almidones modificados, maltodextrinas y gomas), los cuales tienen la función de incrementar la resistencia térmica de este tipo de materiales. En consecuencia, las

propiedades del material son modificadas, principalmente si hablamos de propiedades reológicas, además el uso de estos agentes genera un costo adicional al proceso.

Se conoce que las características de calidad de producto tales como tamaño de partícula, densidad volumétrica, contenido de humedad, higroscopicidad, color y rendimiento de polvos dependen estrechamente de las condiciones iniciales del fluido (densidad, viscosidad y contenido de sólidos), así como de las condiciones de secado: tipo de atomizador, direccionamiento del flujo de aire, flujo de aire, temperatura de secado, presión del aire del compresor y del tipo y concentración del aditivo (Perry & Green, 2003; Rodríguez-Hernández & cols., 2005), una buena elección y combinación de estos parámetros asegura una mejor calidad del producto seco.

### **1.3. Justificación**

El mucílago de los cladodios de *Ofi* (nopal), ha sido objeto de diversos estudios desde la década de los 50s, debido a sus múltiples aplicaciones en ramos que van desde la construcción hasta las ambientales.

Esta sustancia es bien conocida en México desde siglos atrás debido a su adición en el mortero para construcción, mejorando las características físicas del mortero, funcionando como un adhesivo orgánico que previene que el mortero seque muy rápidamente y ayudando a retener el contenido de humedad necesario que la mezcla necesita para colocarse correctamente (Cárdenas & cols., 1998).

Gracias a la investigación, se han encontrado otras aplicaciones para el mucílago de nopal, tales como; coagulante natural para su aplicación en el tratamiento de aguas de consumo humano, removiendo la turbidez del agua en un rango de un 92-99 % y reduciendo el crecimiento microbiano (Miller & cols., 2008); como inhibidor de la corrosión de acero en medios alcalinos, donde utilizan diferentes concentraciones de una mezcla de mucílago deshidratado e hidróxido de calcio, resultando una buena inhibición de la corrosión y mejorando la durabilidad del acero (Torres-Acosta, 2007); como inhibidor de corrosión en aluminio usando extracciones acuosas, encontrando que el mucílago actúa incrementando la energía de activación de la reacción de oxidación, retardando la reacción y disminuyendo el efecto (El-Etre, 2003), un estudio similar fue realizado por Salem & cols. 1983, en el se evalúa el efecto de la corrosión con soluciones alcalinas de mucílago preparadas con hidróxido de sodio, concluyendo que la mejora de inhibición de corrosión se incrementa hasta en un 80% (Salem & cols., 1983; también ha sido utilizado como aditivo en mezclas de concreto-mortero, incrementando la plasticidad del mortero, disminuyendo la permeabilidad (Chandra & cols., 1998), acelerando el tiempo de fraguado y disminuyendo la trabajabilidad del mortero base cemento (Cano & Torres., 2007); como película comestible para mejorar la vida de anaquel de alimentos tales como las fresas, probando diferentes formas de extracción del mucílago y midiendo el efecto de las películas en el color, textura y calidad sensorial durante nueve días de almacenamiento, dando como resultado una efectiva acción protectora (Del-Valle & cols., 2004).



Otros autores han reportado propiedades útiles para el mucílago de *Ofi*, tales como; su propiedad emulsificante (goma natural), puede usarse como un sustituyente de grasas y como saborizante en alimentos a la vez; además tiene un importante valor nutricional al consumirse como parte de la fibra alimenticia; se le confirieren propiedades medicinales como anti-inflamatorio, analgésico, antiviral; sirve para controlar enfermedades como el colesterol alto, diabetes, glicemia; reduce la formación de radicales libres y el riesgo de padecer cierto tipos de cáncer. Diversos grupos de investigación han mencionado que el mucílago debe de ser considerado como una fuente potencial de hidrocoloides industriales (Medina-Torres & cols., 2000; Saénz & cols., 2004).

Así mismo, podemos considerar como puntos favorables la nobleza y economía de la planta, la cual crece en zonas áridas y semiáridas de México, donde la escasez de agua podría ser una limitante para su cultivo, al mismo tiempo México es el país líder en la producción de nopal verdura, por tener la mayor superficie bajo cultivo 10,400 ha., y es el líder en el comercio mundial al ser exportador a E.U.A., Canadá, Japón y países europeos (Flores-Valdez & cols., 1995).

La potencialidad y diversificación en usos se ven un tanto limitadas hasta el momento, debido a la corta vida de anaquel del mucílago (~3-4 días). Esto exige que en un futuro el mucílago sea más manejable (transportación, adquisición y almacenamiento), lo que permitirá su producción a nivel industrial. Adicionalmente el conocimiento de las propiedades reológicas de los productos reconstituidos podría auxiliarnos en la determinación de aplicaciones de productos potenciales (Grabowski & cols., 2008).

## **1.4. Objetivos**

### **1.4.1. Objetivo general**

Evaluar el efecto de las condiciones de secado por aspersión sobre las propiedades reológicas de mucílago de *Opuntia ficus indica* reconstituido a concentraciones de 1,3 y 6 % (p/v).

### **1.4.2. Objetivos específicos**

- Determinar las propiedades viscosas (viscosidad cortante) y viscoelásticas (módulos  $G'$  y  $G''$ ) de disoluciones de mucílago en polvo secado por aspersión y liofilizado, con el fin de comparar su respuesta reológica.
- Ajustar los datos experimentales de viscosidad cortante contra velocidad de corte con un modelo matemático que permita describir el comportamiento viscoso del mucílago de nopal reconstituido (1,3 y 6 % p/v).
- Estudiar el efecto de las condiciones de secado por aspersión sobre las propiedades fisicoquímicas de los polvos (densidad aparente, contenido de humedad, rendimiento).
- Determinar las condiciones de secado por aspersión (temperatura de aire de entrada, velocidad de atomización y flujo de alimentación de mucílago) que permitan obtener el máximo rendimiento de polvos con propiedades reológicas aceptables.

## **1.5. Hipótesis**

- El proceso de secado por aspersión afecta inversamente las propiedades reológicas (elásticas y viscosas) de mucílago de nopal reconstituido.
- Todas las disoluciones de mucílago reconstituido tienen comportamiento de fluido pseudoplástico y de flujo elástico.
- El modelo de Ostwald-de Waele y/o el de Cross son adecuados para describir el comportamiento de la viscosidad contra la velocidad de corte del producto reconstituido.

## CAPÍTULO 2

### ANTECEDENTES Y MARCO TEÓRICO

---

La historia de la ciencia, como la de todas las ideas humanas, es una historia de sueños irresponsables, de obstinaciones y errores. Sin embargo, la ciencia es una de las pocas actividades humanas -quizá la única- en la cual los errores son criticados sistemáticamente y muy a menudo, con el tiempo, corregidos.

Karl Popper (1902-1994)

## 2.1. Antecedentes

Las propiedades reológicas y físico-químicas del mucílago *Ofi* ya han sido estudiadas por varios grupos de investigación (Cárdenas & cols., 1997; Madjdoub & cols., 2001; Matsuhiro & cols., 2005; Medina-Torres & cols., 2000; McGarvie & Parolis, 1979; McGarvie & Parolis, 1981 a-b; Trachtenberg & Mayer, 1981; Trachtenberg & Mayer, 1982), encontrando que éste es un polisacárido de alto peso molecular de carácter polielectrólito, con una estructura molecular de más de 30,000 azúcares. Se han presentado algunas contradicciones en cuanto a composición y porcentaje de los monosacáridos presentes en el mucílago, estos problemas podrían deberse a la contaminación del mucílago con otros componentes originados en la pared celular, y/o a los métodos de purificación que no son completamente efectivos (Sáenz & cols., 2004).

Tomando en cuenta las investigaciones más recientes, se puede concluir que los principales compuestos presentes en el mucílago de *Opuntia ficus indica* son; L-arabinosa (24.6-42 %), D-galactosa (21-40.1%), L-ramnosa (7-13.1%), D-xilosa (22-22.2%) y ácido D-galacturónico (8-12.7 %). La presencia de este último componente ha sido causa de confusión para varios autores quienes se han referido al mucílago como una pectina o pectinoide.

Estudios realizados por Cárdenas & cols. (1997) indican que el peso molecular promedio de este hidrocoloide es de alrededor de  $3 \times 10^6$ , un valor más pequeño que el indicado por Trachtenberg & Mayer (1981) de  $4.3 \times 10^6$  y algo diferente al determinado por Medina & cols. (2000) de  $2.3 \times 10^4$ . Las diferencias en las técnicas de extracción y contaminación del mucílago con otros componentes celulares podrían explicar estos resultados (Sáenz & cols., 2004).

Otros autores han realizado estudios en métodos de extracción y purificación de la goma de mucílago. La mayoría de ellos homogenizan el extracto del cactus con agua, y utilizan etanol absoluto para sus precipitaciones (Cárdenas & cols., 1997; Paulsen & Lund, 1979 Saag & cols., 1975; Trachtenberg & Mayer, 1981). Como propuesta Nobel & cols. (1992) cambian el solvente precipitante por 2-propanol.

Medina-Torres & cols. (2000) modifican el procedimiento de extracción propuesto por McGarvie & Parolis (1979), los autores maceran la pulpa obtenida de los tallos,

posteriormente centrifugan, decantan y precipitan el mucílago con acetona en una relación (1:2). El precipitado se lava con 2-propanol y finalmente es secado. El rendimiento de mucílago seco con referencia a los cladodios frescos reportado por algunos autores son los siguientes: 0.07% (Cárdenas & cols., 1997) y 1.2 % (Sáenz & Sepúlveda, 1993).

Cai & cols. (2008), realizan un estudio en cuanto a la extracción, purificación, y caracterización de los polisacáridos de *Opuntia milpa alta*, evalúan la combinación de tres factores: proporción de agua a materia en bruto, temperatura, y tiempo de extracción. Ellos emplean una metodología de superficie respuesta para maximizar el rendimiento de polisacáridos obtenido por la combinación de estos tres factores. Estos factores de extracción muestran efectos significativos sobre el rendimiento y reportan que el máximo rendimiento de polisacáridos se obtiene empleando una temperatura de extracción de 86.1 °C, un tiempo de 3.6 h y una proporción de agua/materia de 3.72:1. Por otro lado, Sepúlveda & cols. (2007) hicieron un estudio relacionado con el anterior para evaluar la extracción de mucílago en medio acuoso, ellos tomaron en cuenta la temperatura, tiempo de extracción, y proporción agua-materia. Además probaron la precipitación del mucílago con dos tipos de alcoholes, alcohol isopropílico y etanol ambos al 95 %. Los resultados del ANOVA a sus tratamientos no arrojaron diferencia significativa entre tratamientos con un nivel de significancia de 0.05, concluyendo que los factores no afectan el rendimiento de mucílago, un resultado que contradice los resultados de Cai & cols. (2008), estos podrían deberse a algunas diferencias en la metodología de ambos grupos de investigación así como al nivel de significancia utilizado.

En cuanto al comportamiento reológico del mucílago de *Opuntia*, Sáenz & cols. (1992) hicieron un estudio preliminar para determinar la influencia del pH en el comportamiento reológico de dispersiones de mucílago (obtenido de la piel de la tuna), encontrando que la viscosidad de las dispersiones se incrementa cuando el pH incrementa, llegando a un máximo con un pH de 6.6.

Más tarde, Cárdenas & cols. (1997) evaluaron el comportamiento reológico de mucílago extraído de tallos de *Opuntia*, haciendo pruebas reológicas de cizalla simple en soluciones de mucílago concentrado (0.4% a 5.8% w/w; NaCl 0.1 M a 20 °C). Encontrando que las soluciones muestran un comportamiento de fluido no-Newtoniano del tipo de adelgazamiento a la cizalla (pseudoplástico), el cual se intensifica conforme la concentración

de mucílago aumenta. Estos autores usan un modelo no lineal (ecuación de Cross) para describir la viscosidad de la solución para cualquier velocidad de corte.

Mientras tanto, Medina-Torres & cols. (2000) observaron un comportamiento de fluido pseudoplástico en disoluciones acuosas de la goma de mucílago de *Ofi*, ellos utilizan la ley de la potencia o modelo de Ostwald-de Waele para correlacionar los datos de viscosidad contra velocidad corte. Asimismo, observaron que las soluciones acuosas de mucílago tenían propiedades elásticas muy altas, similares a las de polímeros sintéticos tal como el poliisobutileno. En resumen, se ha encontrado que la viscosidad en cizalla simple es función de la concentración de mucílago, temperatura, pH y fuerza iónica (Sáenz & cols., 2004).

Con respecto al secado de mucílago de nopal se tienen pocos antecedentes, los estudios más cercanos a esta investigación son los de Medina-Torres & cols. (2007) quienes evaluaron cinéticas- de secado de nopal usando tres diferentes métodos (secado convectivo, osmótico y combinación de ambos) y el efecto sobre las propiedades mecánicas, concluyendo que el secado convectivo era el método que mejores resultados dio para el experimento, cabe aclarar que ellos utilizaron el nopal completo (pericarpio, pulpa, fibras, mucílago, etc.).

Moßhammer & cols. (2006) evaluaron diferentes métodos para la producción de concentrados y polvos de jugo de tuna, destacando que ellos utilizan un procedimiento no térmico en la producción de los concentrado. Para la producción de polvos aplicaron un secado por congelación en un evaporador rotatorio (nivel laboratorio), un evaporador de columna (escala de planta piloto) y un secado por aspersion. Ellos compararon las características del producto final: contenido de humedad, contenido de fructosa y glucosa, color y retención de betalaina. En conclusión, con el trabajo de estos investigadores se observa que el secado por aspersion no presenta diferencias significativas en las características medidas en sus concentrados y polvos, comparados con los otros métodos, además tiene la particularidad de ser más económico que los demás, ellos utilizaron maltodextrina como agente encapsulante, recomendando una proporción de 1.5 partes de maltodextrina (previamente disuelta en 1 parte de agua) por 1 parte de concentrado, además usaron temperaturas de aire a la entrada de 165°C y de 90 °C en la salida.

Por otro lado, jugo de tuna de *Opuntia streptacantha* fue secado por aspersion por Rodríguez-Hernández & cols. (2005). Ellos avaluaron el efecto del secado en las propiedades fisicoquímicas del fruto: color, retención de vitamina C, contenido de humedad, y pH. Los

resultados indicaron que el jugo de tuna reconstituido tuvo propiedades fisicoquímicas similares al natural. A la par ellos obtuvieron que las propiedades son función de la temperatura de secado, presión de aire del compresor y del tipo y concentración de maltodextrina.

El proceso de secado por aspersión ha sido aplicado para obtener polvos de otros materiales como: jugos de frutas, leche, extractos de soja, pastas de tomate, puree de papa, lípidos, y componentes bio-activos. En la mayoría de estos estudios, los materiales son secados con la ayuda de agentes de secado, para reducir la pegajosidad de los componentes y así reducir las pérdidas sobre la pared de secado (Chegini & Ghobadian, 2007; Goula & cols., 2005; Grabowski & cols., 2008; Narayan & cols., 2001). El problema de pegajosidad se da principalmente en alimentos con alto contenido de azúcares, de baja  $T_g$ . En otros casos el agente es empleado como medio encapsulante del componente bio-activo debido a su alta volatilidad, o problemas de termo-degradación.

En materiales de alto peso molecular con altas  $T_g$  como polisacáridos, gomas, mucílagos de semillas, almidones, y pectinas el secado por aspersión se empleó sin el uso de agentes de secado (Goula & cols., 2005; Salvador & cols., 2001; Oomah & Mazza, 2001; Wang & cols., 2009). La mayoría de estos materiales son utilizados como agentes modificantes de viscosidad y en algunos casos como agentes gelificantes, por lo cual uno de los parámetros de mayor importancia en los estudios de los productos reconstituidos son las propiedades reológicas.

La investigación que sirve como base para el secado por aspersión de mucílago de *Ofi* fue realizada por Orozco & cols. (2007). Este grupo de investigación utilizó un secador por aspersión de nivel laboratorio (Büchi B-290) de flujo paralelo aire-rocío y con un atomizador de boquilla neumática para obtener los polvos de mucílago. El método de extracción de mucílago fue por molienda de cladodios tiernos (8-10 días), seguido de una clarificación por centrifugado a 20000 rpm, así como un proceso de ultrafiltración con cortes moleculares de 10 y 100 kDa. Ellos evaluaron diferentes condiciones de secado, variando temperatura de secado, flujo de alimentación de mucílago y flujo de aire, encontrando intervalos de los parámetros de secado a través de los cuales se logró un deshidratado exitoso de mucílago. Estos fueron: temperatura del aire de secado de 120 a 170°C; flujo de alimentación del aire de

secado de 7 m<sup>3</sup>/h; presión de atomización de 50 psi y flujo de alimentación de mucílago concentrado de 0 a 0.1 L/h. También evaluaron el comportamiento viscoso de los polvos resuspendidos a una concentración de 10 g/L, encontrando un valor promedio del índice de comportamiento (n) de 0.6 y del índice de consistencia (k) de 25 mPa.s<sup>n</sup>. Este trabajo es el pionero en el secado de mucílago de *Ofi* por aspersión y permite vislumbrar los rangos de operación de los parámetros de secado que podrían emplearse a una escala piloto.

## **2.2. El nopal (*Opuntia ficus indica*)**

En este capítulo desarrollaremos los conceptos y teorías principales en la que se sustenta nuestra investigación, comenzaremos hablando de la materia prima de estudio “el nopal”, los orígenes de esta planta están confinados al continente americano, en especial al territorio de lo que hoy es México. Esta planta ha sido de mucha importancia para nuestro pueblo en su devenir histórico debido a sus innumerables usos, por lo que es una digna representante de nuestras raíces.

### **2.2.1. Generalidades**

Las cactáceas se consideran vegetales muy evolucionados, con estructuras anatómicas de adaptación altamente especializadas que les confieren una fisonomía particular, entre las cuales se pueden citar la adquisición de tallos globosos o cilíndricos provistos de surcos o costillas que reducen sobremanera su superficie de transpiración, el desarrollo de succulencia en todos los órganos, la reducción de las hojas hasta su ausencia total, el notable desarrollo de capas epidérmicas cerosas, el aumento en el grosor de la cutícula y de la membrana de las células epidérmicas, la formación de gran concentración de mucílago y el desarrollo de cristales de oxalato de calcio en el citoplasma (Granados-Sánchez & Castañeda-Pérez, 1991).

Específicamente, el género *Opuntia* es una planta xeromorfa que ha desarrollado un mecanismo de resistencia a la sequía con base en el mantenimiento de un alto potencial hídrico, durante los períodos de déficit de precipitación, a través de las siguientes características:

- Mantenimiento de absorción de agua mediante el incremento de la cantidad y densidad de raíces, y el aumento de la conductancia hidráulica.



- Reducción de la pérdida de agua, mediante la reducción en la conductancia epidermal, en la radiación absorbida y en la superficie evaporativa.

El género *Opuntia* está provisto de una gruesa cutícula impermeable y estomas unidos; el comportamiento de éstos se relaciona con la exposición de las plantas al viento cargado de vapor de agua (Figura 2.1). Los estomas que se localizan en una epidermis impermeable operan como reguladores de la pérdida de agua entre la hoja y al atmosfera seca circundante; sin embargo los estomas son el sitio de entrada del CO<sub>2</sub> por lo que una reducción de la pérdida de agua a través del control estomatal tiene como consecuencia una reducción en la fijación de CO<sub>2</sub> y por lo tanto, en la productividad. En el nopal, la fotosíntesis se lleva a cabo a través del parénquima clorofiliano situado bajo la epidermis y el tejido tuberoso; la estructura de este parénquima es análoga al parénquima empalizado de las hojas y consta de varias capas de células prismáticas de gran tamaño y paredes delgadas con numerosos cloroplastos. El parénquima clorofiliano se comunica al exterior por medio de los estomas; gradualmente se convierte en acuífero para construir la zona central y esponjosa del cladodio por donde circula la savia ascendente. El tejido esponjoso almacena grandes cantidades de agua, lo cual permite, en parte, mantener a la planta durante largos periodos de sequía (Granados-Sánchez & Castañeda-Pérez, 1991).

El cultivo del nopal se puede limitar por tres razones: a) la abundancia de humedad, b) la carencia de nutrientes y c) las temperaturas bajas que llegan a quemar las yemas de crecimiento. A pesar de esto, en México, se ubican en zonas ecológicas extensas donde se pueden establecer su cultivo y desarrollo de vegetación natural (nopaleras) con buenos resultados (Flores-Valdez & cols., 1995).

Roberto Kiesling en su artículo “Origen, Domesticación y Distribución de *Opuntia ficus indica*” concluye:

La *Ofi* es el resultado de la selección realizada desde hace 8-9000 años en el actual México y que continúa hasta hoy. Se considera que esta especie, o grupo de especies, es el resultado de una prolongada selección, con cruza y retrocruza que produjeron este alto y homogéneo nivel de ploidía, único en el género.



**Figura 2.1.** *Opuntia ficus indica* (L.) Mill

### **2.2.2. Mucílago de *Opuntia ficus indica***

La producción de mucílago, comúnmente referidos como pectina de polisacáridos, es característica de los miembros de la familia de las Cactáceas. Este compuesto se presenta tanto en los cladodios como en la piel y pulpa de la fruta, aunque en muy diversas proporciones (Flores-Valdez & cols., 1995). La composición química del mucílago de nopal *Ofi*, ha sido sujeto de varios estudios, por ejemplo; Amin & cols. (1970) encontraron que el mucílago era un polisacárido neutral que contenía arabinosa, ramnosa, galactosa y xilosa. Por otro lado Paulsen & Lund (1979) reportaron que el extracto de *opuntia ficus indica* era una mezcla de un glucano neutral, glicoproteínas y un polisacárido ácido compuesto de L-arabinosa, D-galactosa, L-ramnosa, D-xilosa y ácido D-galacturónico. De acuerdo a Trachtenberg & Mayer (1981), el mucílago es un polisacárido, que contiene 10 % de ácido urónico, arabinosa, galactosa, ramnosa y xilosa. La composición del mucílago de nopal fue bastante similar para Madjdoub & cols. (2001) compuesto principalmente de L-arabinosa, D-galactosa, D-xilosa y 19.4% de ácido urónico.

McGarvie & Parolis (1981<sup>a,b</sup>) encontraron que el mucílago de nopal está compuesto de una familia de polisacáridos altamente ramificados. Ellos consideran una estructura de unidades de ácido  $\alpha$ - D-galacturónico unidas 1→2 a unidades de  $\beta$ -L-ramnosa enlazadas



La metodología de extracción para el mucílago no está bien definida, y se encuentran variantes en las referencias revisadas, que se reflejan en los resultados de composición (Tabla 2.2). El método puede cambiar según la fuente de mucílago (cladodio o fruto) y la parte concreta de la que se extraerá el hidrocoloide (piel, pulpa o semillas) (Abrajám-Villaseñor, 2008).

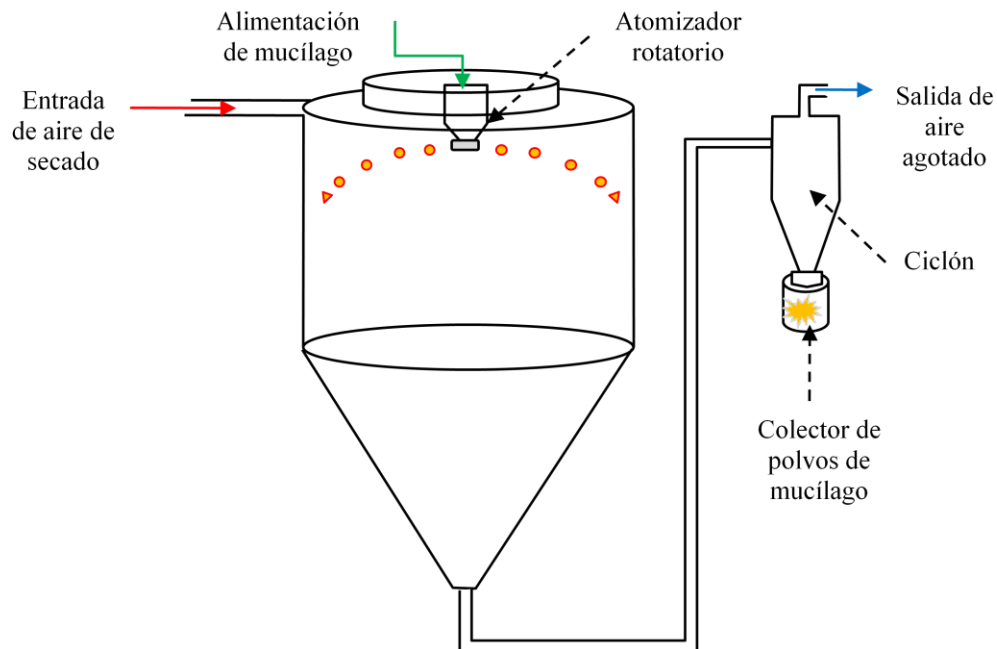
**Tabla 2.2.** Peso Molecular (PM), azúcares y ácido urónico presentes en el mucílago de *Ofi* (Sáenz & cols., 2004)

<b>Autor</b>	<b>PM</b>	<b>Gal</b>	<b>Ram</b>	<b>Ara</b>	<b>Xil</b>	<b>A Gal</b>	<b>Gal / Ara</b>
<b>Goycoolea &amp; Cols. (2000)</b>		+	+	+	+		2/3
<b>Cárdenas &amp; Cols. (1997)</b>	3 x 10 <sup>6</sup>						
<b>Sáenz &amp; Sepúlveda (1993)</b>		+	+	+		+	
<b>Sáenz y Cols. (1992)</b>		+	+	+		+	
<b>Trachtenberg &amp; Mayer (1982b)</b>	1.56 x 10 <sup>6</sup>						
<b>Mc Garvie &amp; Parolis (1981a)</b>		+	+	+	+	+	
<b>Mc Garvie &amp; Parolis (1981b)</b>		+		+	+		1.5/3
<b>Trachtenberg &amp; Mayer (1981)</b>	4.3 x 10 <sup>6</sup>	+	+	+	+	+	4.9/3
<b>Mc Garvie &amp; Parolis (1979)</b>		+	+	+	+	+	1.3/3
<b>Paulsen &amp; Lund (1979)</b>		+	+	+	+	+	2.3/3
<b>Saag &amp; Cols. (1975)</b>		+	+	+	+	+	3.5/3
<b>Srivastava &amp; Pande (1974)</b>		+		+			3/1

## 2.3. Secado por aspersión

### 2.3.1. Principios básicos

En un secado por aspersión una solución líquida es dispersa dentro de una cámara de secado, entrando en contacto con aire caliente, tal que el líquido se evapora dejando pequeños gránulos esféricos como producto. En la Figura 2.3 se presenta un esquema básico de un secador por aspersión. El secado es controlado principalmente por las condiciones de aire a la entrada (flujo y temperatura) y por las características del material. El sistema de aspersión puede usar energía de presión con boquillas de presión, energía cinética con boquillas de dos fluidos o atomización neumática o energía centrífuga utilizando discos rotativos. En cualquier caso, el objetivo principal busca crear la máxima superficie posible para la evaporación con un tamaño de gota lo más homogéneo posible. El flujo de gas y líquido de la cámara de aspersión puede ser en contracorriente, en paralelo o una combinación de ambos. Los tiempos de residencia varían en SA de 5 a 100 s y el tamaño de partícula oscila de 10 a 500  $\mu\text{m}$  (Masters, 1991).



**Figura 2.3.** Esquema de un secador por aspersión con flujo de aire-rocío paralelo

### **2.3.2. Importancia del secado por aspersión**

La deshidratación se entiende como la eliminación de pequeñas cantidades de agua, en forma de vapor, del producto, generalmente con aire. Este método permite la conservación del alimento debido a que los microorganismos y enzimas causantes de su descomposición no pueden actuar a bajos contenidos de agua.

Este procedimiento es único, no solo por la brevedad del tiempo de secado, generalmente segundos, sino también por el hecho de que, debido a la rápida evaporación del agua, y como la evaporación causa enfriamiento, los sólidos no son calentados a altas temperaturas y la temperatura de las gotas permanece por debajo de la temperatura de bulbo húmedo del gas de secado. Esta característica es muy importante para los alimentos termolábiles, donde el tiempo o grado de calentamiento por otros procesos les causa deterioro. Debido a la inmediata utilización del calor absorbido para la evaporación del agua, el interior de las finas partículas suspendidas no es calentado a la temperatura del gas circundante, con tiempos de residencia de las partículas muy cortos (Masters, 1991).

En los alimentos, la retención de actividad enzimática, el contenido de vitaminas y los componentes volátiles, y la prevención de la desnaturalización de proteínas por calor son algunas de las razones para preferir el secado por aspersión a otros métodos de deshidratación.

Este tipo de secado produce partículas de talla y forma que no son obtenidas por otro método. El material no tiene contacto con superficies sólidas sino hasta que está seco, cuyo resultado es la conservación del sabor y color originales. El SA es preferido a otros métodos de secado para líquidos y purés. La calidad del producto es muy alta debido a que se necesita menos calor y la oxidación puede ser minimizada.

Actualmente, el secado por aspersión se encuentra en un gran número de industrias como la de alimentos, farmacéutica, química, pesquera, de taninos y celulosa, así como en la aplicación al control ambiental (Masters, 1991).

El SA es una alternativa para los métodos convencionales (congelación y liofilización) de conservación. Ofrece las mismas ventajas que el liofilizado, sin embargo, es mucho más económico, especialmente a una escala comercial.

### **2.3.3. Ventajas y desventajas**

En la actualidad, cuando de la calidad de un producto depende la demanda de este, el secado por aspersión ofrece grandes alternativas de empleo, debido a las ventajas que presenta, de entre las cuales Masters (1991) cita:

- 1) Se pueden manejar productos tanto termolábiles como termoestables.
- 2) Puede secarse todo tipo de productos, siempre y cuando la solución permita su bombeo.
- 3) Los diseños de los secadores por aspersión son muy variados, por lo que existe un tipo de secador que se adapta a las necesidades que el producto requiera.
- 4) Las especificaciones del producto permanecen constantes, siempre y cuando las condiciones del secador también permanezcan constantes.
- 5) Existe una gran flexibilidad en el diseño de secadores, pudiéndose manejar:
  - a) Soluciones orgánicas,
  - b) Sustancias que puedan ser explosivas con el aire,
  - c) Materiales tóxicos,
  - d) Materiales cuyo manejo deba ser con absoluta higiene, etc.

Algunas desventajas del SA son:

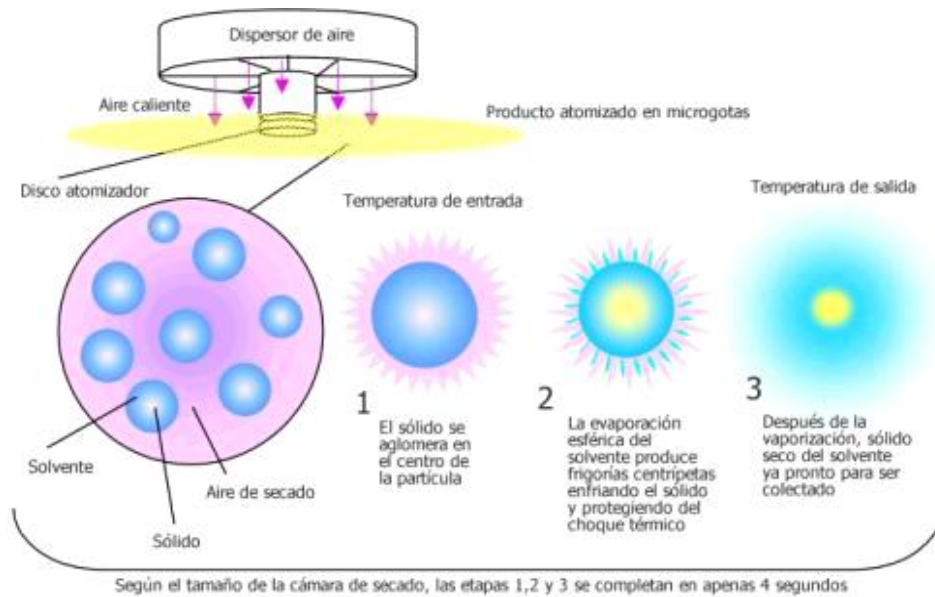
- 1) Altos requerimientos de energía.
- 2) La entrada del producto al secador debe ser líquida y/o con capacidad para ser bombeada.
- 3) El vapor agotado que deja el secador generalmente debe ser filtrado para prevenir pérdidas de producto y contaminación de la atmósfera.

### **2.3.4. Principios básicos del secado por aspersión**

Masters (1991) presenta cuatro etapas importantes en la deshidratación por aspersión: (Figura 2.4)

- 1) Atomización de la solución.
- 2) Contacto de la solución atomizada con el aire secante.
- 3) Evaporación del agua.

#### 4) Separación del producto seco.



**Figura 2.4.** Etapas del proceso de secado por aspersión

**Atomización de la solución.** En esta etapa, el propósito es crear una lluvia de gotas con el tamaño adecuado requerido para el producto que se desea.

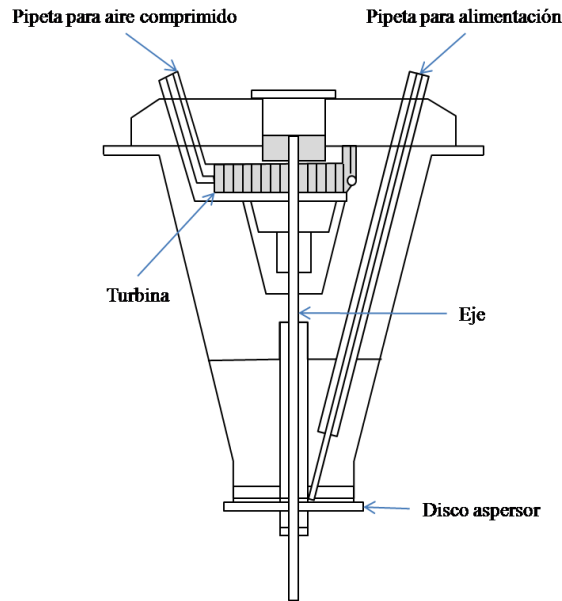
Para la formación del rocío "spray", se pueden utilizar diversos tipos de aspersores, básicamente encontramos aspersores rotatorios, donde se utiliza la fuerza centrífuga y atomizadores por espresas, a base de presión.

**Atomizador rotatorio.** Consiste de un disco que gira en el extremo de un eje, el líquido alimentado se introduce cerca del eje de rotación, siendo acelerado hasta la velocidad horizontal de la periferia de la cabeza desde donde es lanzado en forma de rocío al interior de la cámara de desecación (Figura 2.5).

Los atomizadores rotatorios son utilizados para formar gotas de un tamaño promedio de 20 - 150  $\mu\text{m}$ . Las características de la gota pueden variarse, modificando la velocidad del disco, en donde, a velocidad mayor, disminuye el tamaño de la gota y disminuyendo la velocidad, aumenta el tamaño de la misma. Si lo que se varía es la velocidad de alimentación, entonces obtendremos, a mayor velocidad, mayor tamaño de la gota, y a menor velocidad, menor tamaño de gota. El tamaño de la gota es directamente proporcional a la velocidad de



alimentación, e inversamente proporcional a la velocidad de aspersion y al diámetro del disco (Masters, 1991).



**Figura 2.5.** Esquema de un atomizador rotatorio

El grado de atomización también depende de la viscosidad y tensión superficial del fluido alimentado. Este atomizador es el más frecuentemente seleccionado por la versatilidad en su uso.

Resumiendo las características de este tipo de atomizador tenemos que:

- 1) Es fácil el control del tamaño de partícula.
- 2) Maneja grandes áreas de flujo.
- 3) Se requiere un atomizador sencillo tanto para grandes como para pequeñas capacidades.
- 4) Manejo de soluciones y pastas.
- 5) Talla de partícula virtualmente independiente de la velocidad de la alimentación.
- 6) Capacidad in dependiente de la presión de alimentación.
- 7) Partículas de gran talla solo en cámaras de diámetro grande.
- 8) Forma un sistema de baja presión.
- 9) Partículas de talla fina-mediana, de tamaño medio hasta 200  $\mu\text{m}$ .

10) Tendencia a formar depósitos en paredes a nivel del disco.

Este tipo de atomizador es capaz de asperjar soluciones "gruesas" de materiales alimenticios que serían imposibles de asperjar en un atomizador de presión.

Durante la atomización centrífuga, el aire alrededor del disco aspersor es atrapado en las gotas atomizadas. Un gran porcentaje de este aire permanece en la gota después de que la atomización se completa y ello afecta el proceso de secado.

La formación de vacíos en el polvo seco puede ser reducido por:

- a) Incremento de sólidos en la alimentación (una alta alimentación de sólidos produce gotas con muy pocos espacios vacíos).
- b) Alta presión de atomización, eliminación del aire en el proceso de atomización.
- c) Secado de dos etapas (secado más leve a bajas temperaturas).
- d) Eliminación del aire encapsulado por sustitución de un gas condensable (vapor).

En adición a la producción de un polvo con alta densidad de bulbo, la reducción de la superficie a la exposición al aire podrá en muchos casos reducir la oxidación del producto, extendiendo con ello su vida de anaquel.

**Contacto entre la solución atomizada y el aire.** La forma en la cual el rocío contacta con el gas secante es un factor importante en la elección del secador, ya que de ello dependen las propiedades del producto, debido a la influencia que tiene el comportamiento de las gotas durante el secado. El contacto rocío-aire secante, está determinado por la posición del atomizador en relación a la entrada del aire.

El rocío puede ser dirigido junto con el aire caliente a la cámara de secado. Esto se denomina flujo paralelo y es utilizado en productos sensibles al calor, ya que las gotas alcanzan una temperatura cercana a la de bulbo húmedo del aire secante, debido a la rápida evaporación del agua, siendo muy corto, el tiempo de secado. A medida que el contenido de humedad deseada se va alcanzando, las partículas secas no incrementan sustancialmente su temperatura, ya que están expuestas a un aire cada vez más frío (Figura 2.6).

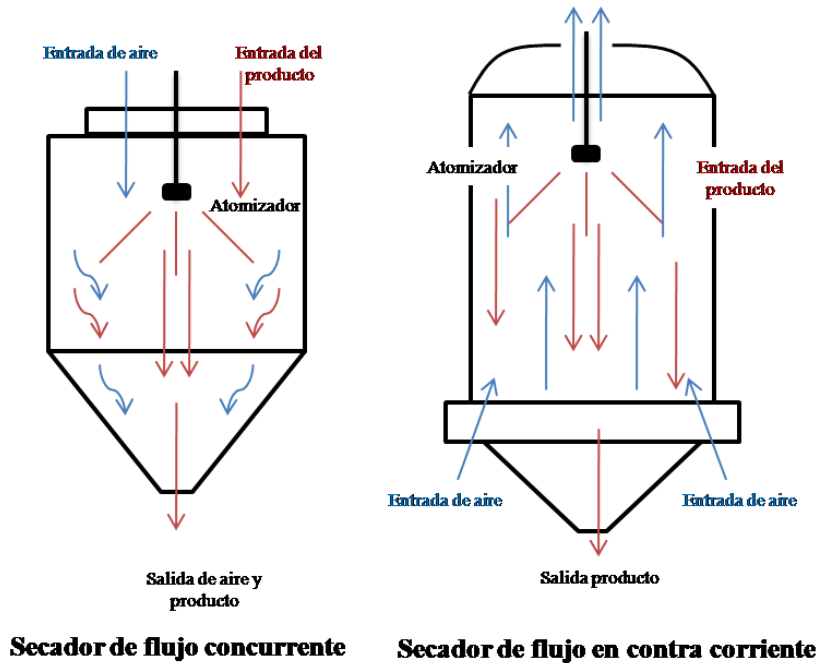


Figura 2.6. Tipos de arreglos aire de secado-rocío

Otro tipo de arreglo para poner en contacto al rocío y al aire secante, es el llamado a contracorriente. Consiste en hacer pasar el aire secante y el rocío en los extremos opuestos del secador. En este arreglo, existe mayor aprovechamiento del calor, habiendo más exposición del producto al calor y por lo tanto se utiliza para productos no sensibles al mismo (Figura 2.6). (Masters, 1991)

En todos los casos, el movimiento del aire predetermina la velocidad y el grado de evaporación por influencia:

- 1) Del paso del rocío a través de la zona de secado.
- 2) La concentración del producto en la región de las paredes del secador.
- 3) La distancia a la cual las gotas semi-secas regresan al aire secante, mediante el aire dispersante.

El diseño de la cámara y el método de introducción del aire, son seleccionados de acuerdo a:

- 1) El tamaño de partícula requerida,
- 2) La forma de la partícula seca requerida y

3) La temperatura a la cual puede estar sujeta la partícula que se maneja.

**Evaporación del agua.** Al tiempo en el que las gotas del rocío hacen contacto con el aire caliente, se inicia la evaporación de la película de vapor saturado, la cual se estabiliza rápidamente en la superficie de la gota. La temperatura de la superficie de la gota es aproximadamente igual a la temperatura de bulbo húmedo del aire caliente.

La evaporación se lleva a cabo en dos etapas.

La primera, llamada de velocidad constante, donde la humedad evaporada de la superficie de la gota, es rápidamente reemplazada por la difusión de la humedad contenida dentro de ella, manteniendo la superficie saturada, causando una velocidad de secado uniforme y constante.

Cuando el contenido de humedad es demasiado bajo para mantener las condiciones de saturación, se dice que se ha alcanzado el punto crítico, y se forma una capa en la superficie de la gota. Ahora, la velocidad de evaporación depende de la difusión de humedad a través de la capa. El espesor de la capa seca se incrementa con el tiempo, causando un decremento en la velocidad de evaporación. A esto se le conoce como periodo de caída de velocidad, o segundo periodo de secado (Masters, 1991).

**Separación del producto seco.** La temperatura del producto en la descarga del secador por aspersion es de aproximadamente 25 a 30°C por debajo de la temperatura de salida del aire. Durante el estado de evaporación, la distribución del rocío atomizado sufre cambios dependiendo, ya sea del colapso o expansión del alimento, fractura o pérdida de esfericidad.

La separación del polvo puede efectuarse en dos formas (Masters, 1991):

1). Un sistema de dos puntos, involucrando la descarga del polvo de la base del polvo de la base de la cámara y de los ciclones.

2) Una descarga de punto simple, donde el polvo abandona a cámara con el aire de salida y se recolecta en ciclones.

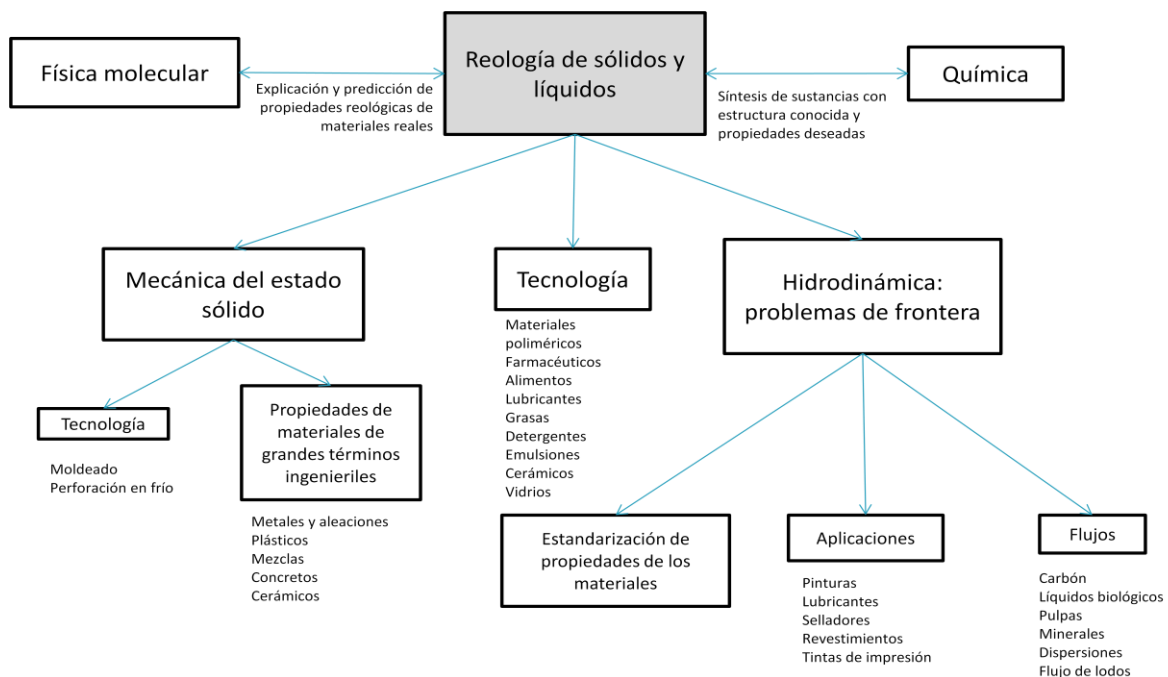
Cuando se utiliza el mismo aire agotado para el transporte del producto, utilizando ciclones, se pueden hacer adaptaciones de filtros para la recuperación de partículas finas que pudieran salir a la atmósfera junto con este aire debido a la baja eficiencia del ciclón, cuando esto sucede, generalmente se realiza la combinación de ambos polvos en una carga común, aumentando así la eficiencia del secador.

## 2.4. Reología

El término “Reología” fue inventado por el profesor Bingham Lafayette y significa el estudio de la deformación y el comportamiento de flujo de la materia.

En esta parte del marco teórico se desarrollan aspectos importantes de esta ciencia, basándose en las partes de interés para esta investigación. Algunas de las propiedades reológicas más importantes son: la viscosidad aparente (relación entre esfuerzo de corte y velocidad de corte), los coeficientes de esfuerzos normales, viscosidad compleja (respuesta ante esfuerzos de corte oscilatorio), módulo de almacenamiento, y módulo de pérdidas (comportamiento viscoelástico lineal). En este trabajo de investigación se estudiarán principalmente, la viscosidad aparente (función de la velocidad de corte) y los módulos mecánicos (módulo de pérdida,  $G''$ ; módulo de almacenamiento,  $G'$ ), por lo cual durante los siguientes párrafos se desarrollan aspectos como; viscosidad, fluidos pseudoplásticos y viscoelasticidad lineal.

El lugar de la reología con otras ciencias y su aplicación se observa en la Figura 2.7.



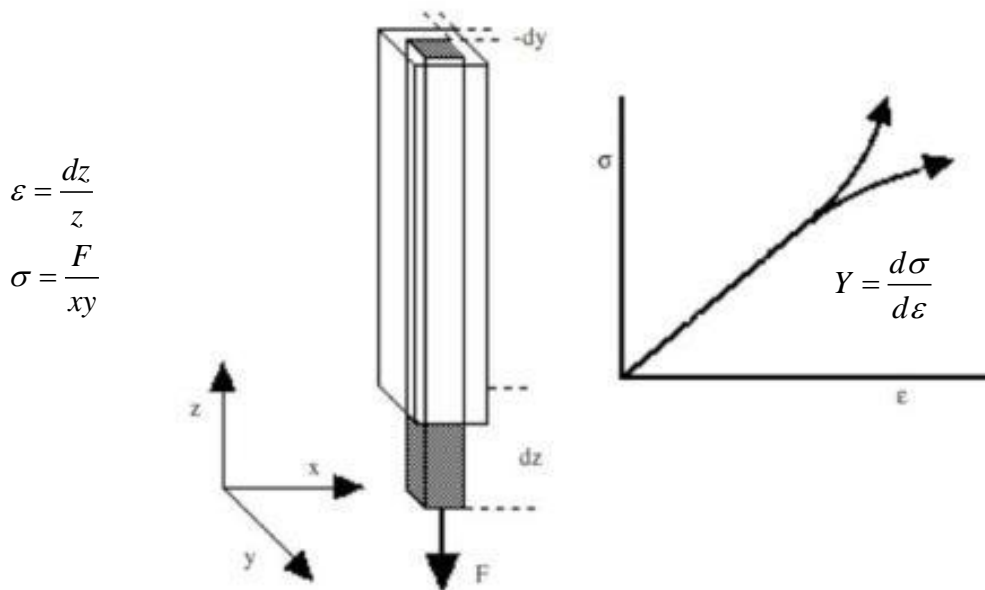
**Figura 2.7.** Reología, su lugar entre otras ciencias considerando problemas aplicados (Malkin, 1994)

### 2.4.1. Definiciones de conceptos reológicos

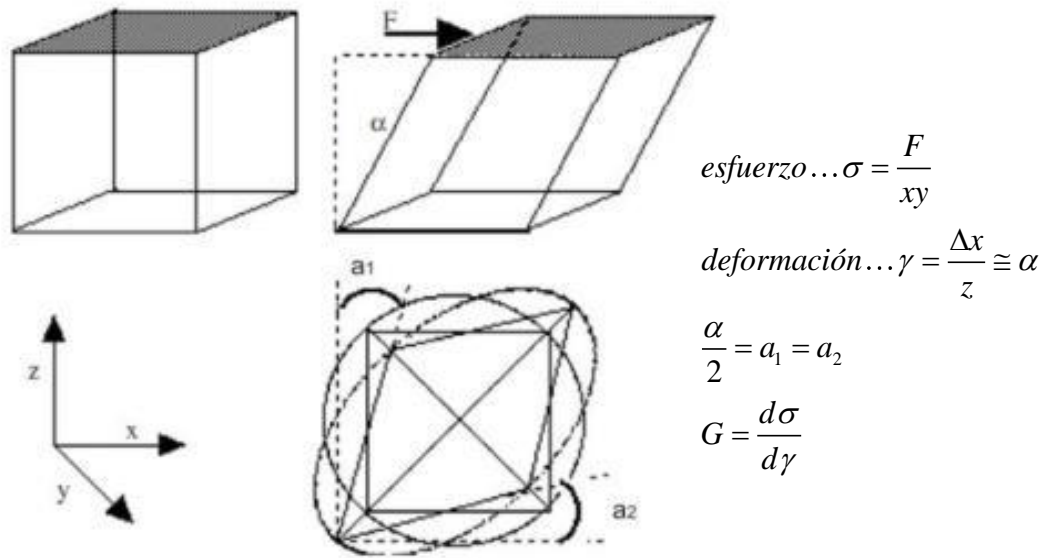
Para empezar a desarrollar algunos aspectos reológicos de interés es necesario tener claro algunos conceptos que se manejan mucho en los estudios reológicos, tales como; esfuerzos, deformaciones, velocidad de deformación, flujo, viscosidad cortante, dentro los más importantes.

**Esfuerzos y deformaciones.** El esfuerzo simplemente es definido como la fuerza dividida por el área sobre la cual es aplicada. La presión es un esfuerzo de compresión. Cuando colocamos un peso en un alambre, estamos aplicando un esfuerzo de extensional, y cuando deslizamos una goma de migajón en un pedazo de papel generamos un esfuerzo cortante. Las unidades del esfuerzo son Pascales (Pa).

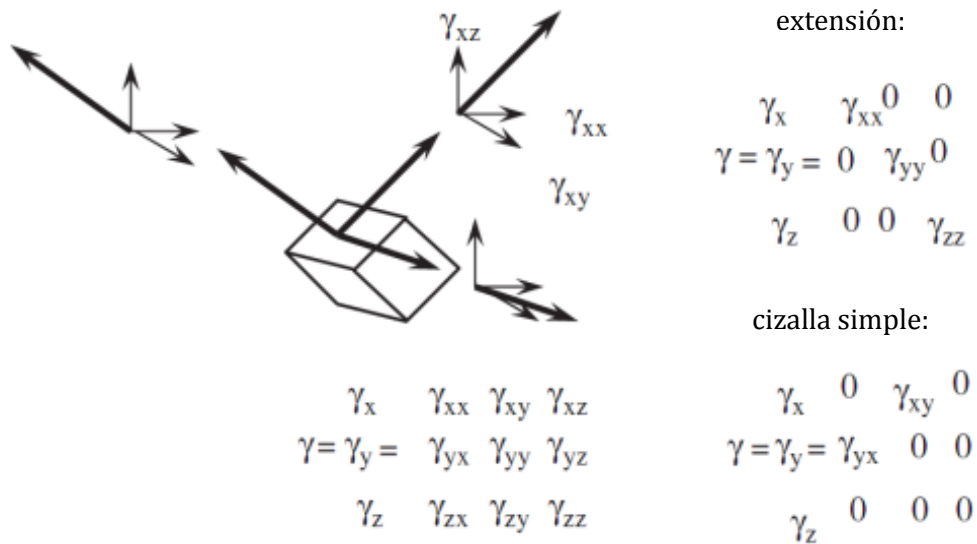
Cuando un esfuerzo es aplicado a un material ( $\sigma$ ), una deformación se genera como el resultado de este esfuerzo. Así pues nosotros definiremos a la deformación relativa (strain) como la deformación por unidad de longitud ( $\gamma$ ). La longitud que se usamos es aquella en la cual la deformación ocurre. Esto se ilustra en las Figuras 2.8 y 2.9 (Goodwin & Hudhes, 2008).



**Figura 2.8.** Deformación extensional a volumen constante  $\epsilon = \gamma_{yz} = (\gamma_{xz} + \gamma_{yy})$ , Y es el módulo de Young



**Figura 2.9.** Deformación de cizalla  $\gamma = \gamma_{xz} = \gamma_{zx}$ , G es el módulo de cizalla



**Figura 2.10.** Las deformaciones y los esfuerzos son tensores

Algunas características que se observan en la Figura 2.9 y 2.10 son:

1. El modulo elástico es constante para deformaciones y esfuerzos pequeños. Esta linealidad está dada por la ley de Hooke, la cual dice que los esfuerzos son directamente proporcionales a las deformaciones.

2. La deformación de cizalla, producida por la aplicación de un esfuerzo cortante  $\sigma$ , se ilustra en la Figura 2.9. La sección más baja de la figura muestra el caso general donde no hay rotación de los ejes principales de deformación. Estas son simplemente las diagonales del elemento material, una de las cuales es más corta que la otra.

3. Para grandes esfuerzos y deformaciones, la no linealidad se presenta.

4. Debemos reconocer que los esfuerzos y las deformaciones son cantidades tensoriales y no escalares, esto pone en evidencia la complejidad matemática (Figura 2.10).

**Velocidad de deformación y flujo.** Cuando un fluido es estudiado por la aplicación de un esfuerzo, un movimiento se genera hasta que el esfuerzo es removido. Consideremos dos superficies separadas por una pequeña abertura en la cual se mantiene un líquido, tal como se muestra en la Figura 2.11. Un esfuerzo cortante debe mantenerse en la superficie superior para que ella se mueva a una velocidad constante,  $u$ . Este esfuerzo de cizallamiento producirá un cambio continuo en la velocidad a través de la abertura hasta llegar a ser cero para superficie más baja (Goodwin & Hudhes, 2008). Ahora, en cada segundo los desplazamientos producidos están en  $x$  y la deformación está dada por:

$$\gamma = x / z \quad (1)$$

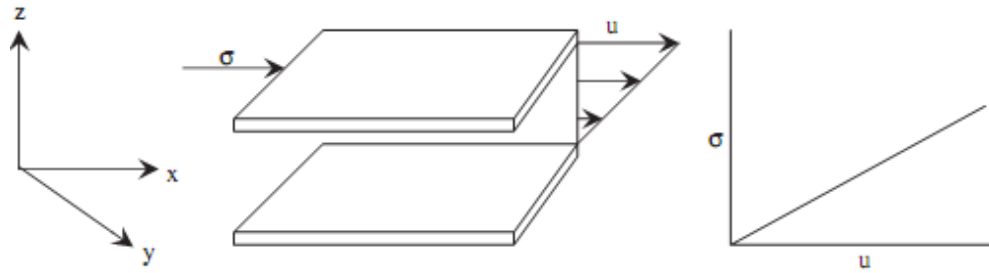
y como  $u = \frac{dx}{dt}$ , podemos escribir la velocidad de deformación como:

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{u}{z} \quad (2)$$

Los términos velocidad de deformación, gradiente de velocidad y velocidad cortante, son utilizados como sinónimos y el punto de Newton normalmente se emplea para indicar el operador diferencial con respecto al tiempo. Para grandes aberturas la velocidad de deformación variara a través de la abertura y podemos escribirla como:

$$\dot{\gamma} = \frac{du}{dz} \quad (3)$$





**Figura 2.11.** El gradiente de velocidad se genera cuando un fluido es cizallado

**Viscosidad.** La viscosidad se puede definir como una medida de la resistencia a la deformación del fluido. La Ley de Newton relaciona el esfuerzo cortante con la velocidad de deformación (gradiente de velocidad), y puede expresarse en una dimensión como la ecuación 4.

$$\sigma = -\mu \cdot \dot{\gamma} \tag{4}$$

donde,  $\sigma$  es el esfuerzo cortante en Pa,  $\mu$  es la viscosidad dinámica o absoluta en Pa·s,  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de deformación en  $s^{-1}$ .

Para un fluido newtoniano el parámetro  $\mu$  es una constante en la ecuación 4 (aunque la viscosidad puede ser función de la temperatura, presión y composición). La viscosidad de los materiales es de importancia debido a que esta se utiliza en muchos cálculos ingenieriles, por lo cual en reología los materiales se caracterizan de acuerdo a su comportamiento viscoso. Generalmente el comportamiento de los materiales es de fluidos no-Newtonianos, por cual se utiliza el concepto de viscosidad aparente (también conocida en el argot reológico como viscosidad cortante) para describir este tipo de materiales, en donde la viscosidad aparente  $\eta$  (eta) está dada por la siguiente relación:

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \tag{5}$$

donde,  $\sigma$  es el esfuerzo cortante en Pa,  $\eta$  es la viscosidad aparente en Pa·s,  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de deformación en  $s^{-1}$ .

## 2.4.2. Fluidos

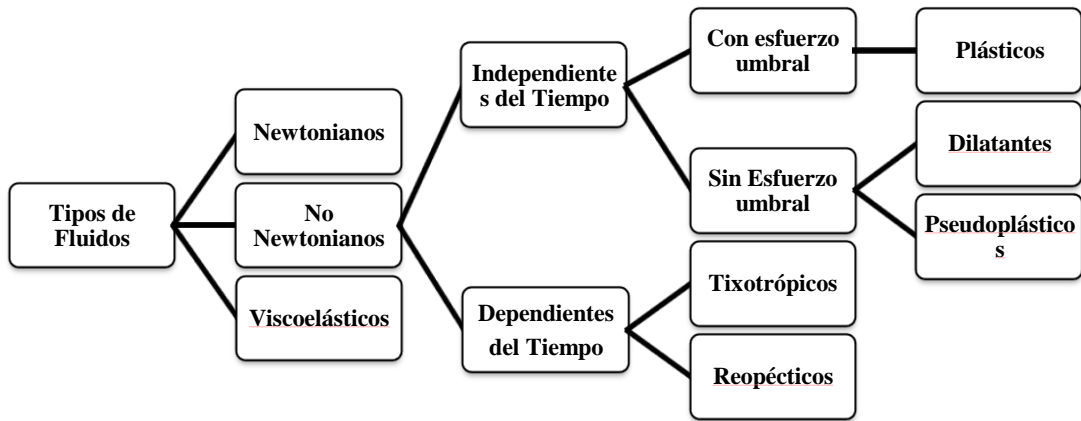
Un fluido se define como una sustancia que se deforma continuamente bajo la aplicación de esfuerzos cortantes.

Las propiedades reológicas se definen a partir de la relación existente entre fuerza o sistema de fuerzas externas y su respuesta, ya sea como deformación o flujo. Todo fluido se va a deformar en mayor o menor medida al someterse a un sistema de fuerzas externas. Dicho sistema de fuerzas se representa matemáticamente mediante el esfuerzo cortante " $\sigma_{yx}$ ", mientras que la respuesta dinámica del fluido se cuantifica mediante la velocidad de deformación " $\dot{\gamma}$ ".

Un fluido Newtoniano es aquel en el cual la viscosidad no varía con la velocidad de deformación ni con el tiempo, por lo cual puede ser representado claramente por la ecuación de Newton de la viscosidad (ecuación 4). Pero este tipo de fluido es un ideal de la materia, por lo cual es imposible encontrarlo totalmente en ella, aunque algunos materiales de bajo PM (ejemplos; aire, hidrogeno, agua, entre otros) pueden llegar a comportarse de esta manera para un cierto rango de velocidad de deformación, este comportamiento es la contraparte del sólido elástico de Hooke. La mayoría de los materiales tienden a presentar ambos comportamientos y el grado de relación entre ambas características es estudiado por la reología de fluidos viscoelásticos.

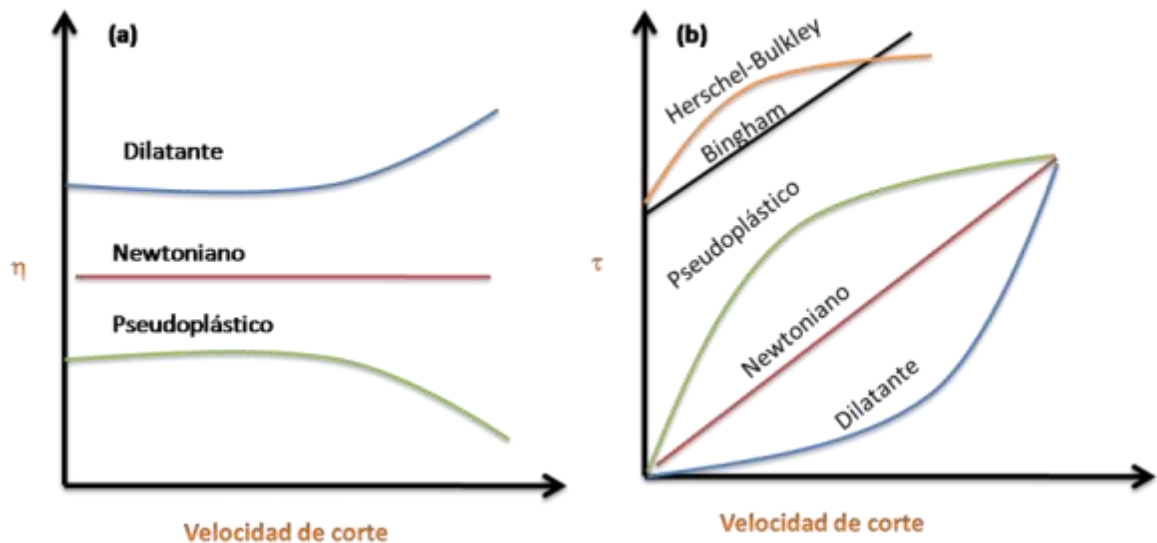
**Tipos de fluidos.** Existen 3 tipos de fluidos (Figura 2.12):

- ❖ Newtonianos (proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación).
- ❖ No-Newtonianos (no hay proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación). (Figura 2.13)
- ❖ Viscoelásticos (se comportan como líquidos y sólidos, presentando propiedades de ambos).



**Figura 2.12.** Clasificación de los fluidos

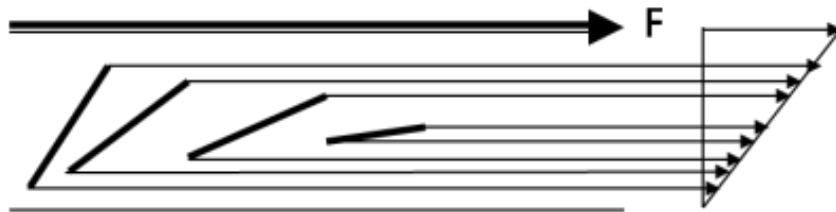
En los antecedentes se mencionó que el mucílago de *Ofi* tiene comportamiento de fluido newtoniano de adelgazamiento al flujo, por lo cual en el subtema posterior se desarrollara el concepto de estos materiales y dos de las teorías más importantes que tratan de explicar este tipo de comportamiento.



**Figura 2.13.** Viscosidad aparente contra velocidad de corte en fluidos newtonianos y no-Newtoniano independiente del tiempo (a); esfuerzo cortante contra velocidad de corte en fluidos newtonianos y no-Newtonianos independiente del tiempo (b) (Núñez-Santiago & cols., 2002)

**Fluidos pseudoplásticos (adelgazamiento a la cizalla).** Este tipo de fluidos se caracterizan por una disminución de su viscosidad, y de su esfuerzo cortante, con la velocidad de deformación. Se pueden dar dos explicaciones a este fenómeno, teniendo en cuenta que son simplificaciones ya que el flujo que se forma es bastante complejo.

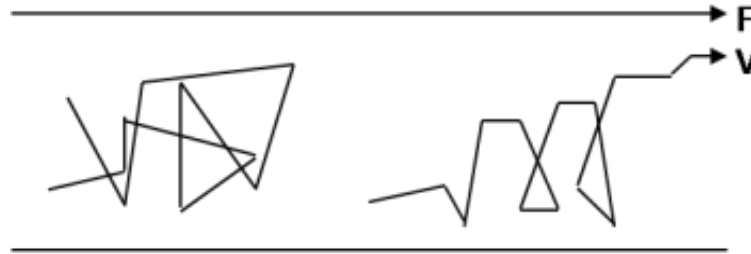
**Flujo de varillas rígidas suspendidas en un líquido Newtoniano.** Como se puede observar en la Figura 2.14, existen una serie de varillas desorientadas dentro del líquido newtoniano. Cada varilla, caracterizada por su movimiento browniano, tiene un vector de velocidad que tiende a adoptar una situación horizontal, dicho movimiento browniano (propuesto por Brown en 1827) es una observación indirecta de la agitación térmica de las moléculas de un líquido, al visualizarse el desplazamiento de partículas en suspensión en el seno del mismo. La resultante de los choques al azar es una fuerza de magnitud y dirección variable según la orientación de las varillas. Cuanto mayor sea la orientación de las varillas, menor será la viscosidad del fluido.



**Figura 2.14.** Representación de las varillas desorientadas dentro del fluido, habiendo aplicado una fuerza sobre la placa superior (Ramírez-Nava, 2006)

**Flujo de moléculas filamentosas en un líquido Newtoniano.** Se supone que, dentro de un fluido newtoniano situado entre dos placas paralelas, una de las cuales se mueve, aparecen una serie de macromoléculas en forma de filamentos porosos que contienen grupos de átomos con una gran movilidad. Al principio estos grupos de átomos forman filamentos bastante enredados. Con el tiempo, al moverse la placa superior, la velocidad de deformación aumenta y la resultante de las fuerzas tiende a desenredar estos filamentos en la dirección del flujo, dependiendo de su elasticidad y de su velocidad de deformación, y además dicha fuerza libera parte del líquido que existe alrededor de la molécula. Como resultado de todo lo que

ocurre en el seno del fluido se produce una disminución de la fricción interna dando lugar a su vez a una disminución de la viscosidad (Figura 2.15).



**Figura 2.15.** Los filamentos se van desenredando conforme aumenta la velocidad debido al movimiento de la placa superior (Ramírez-Nava, 2006)

La formulación matemática de un fluido pseudoplástico es bastante compleja aunque para movimiento simple se pueden utilizar varios modelos.

### 2.4.3. Descripción matemática de curvas de flujo

El concepto de ecuaciones de estado (o ecuaciones constitutivas) ocupan una posición central en la reología moderna. Esta es una relación entre los esfuerzos actuantes en un punto y las deformaciones resultantes de esta acción. Sin embargo este tipo de relaciones matemáticas son muy complejas si se trata de fluidos no Newtonianos, surgiendo fenómenos considerados “efectos reológicos”. La dependencia de la viscosidad aparente de la velocidad de corte se denomina curva de flujo. Y puede ser representada en algún sistema de coordenadas como;  $\eta$ - $\sigma$ ,  $\eta$ - $\dot{\gamma}$ , o  $\sigma$ - $\dot{\gamma}$ . Para poder hacer más clara esta dependencia se utilizan ejes logarítmicos, donde el gráfico presentado se conoce también como curva de flujo. Muchos intentos para describir las curvas de flujo de materiales han sido planteados mediante funciones analíticas a nivel teórico y empírico. En muchas aplicaciones, es importante conocer cómo cambia la viscosidad aparente cuando la velocidad de corte (y esfuerzos) varían en un amplio rango (Malkin, 1994).

De acuerdo a precedentes investigaciones se sabe que el comportamiento pseudoplástico del mucílago de *Ofi* puede ser descrito mediante el uso de dos modelos reológicos, el modelo de Cross y el modelo de Ostwald-de Waele.

**Modelo de Cross.** Esta ecuación se considera una de las ecuaciones que mejor describen la curva de flujo para fluidos pseudoplásticos, este modelo es nombrado así por Malcolm Cross, un reólogo que trabajó con dispersiones de pigmentos. Él encontró que la viscosidad de muchas suspensiones podría ser descrita por la ecuación de la siguiente forma:

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (K\dot{\gamma})^m} \quad (6)$$

donde,  $\eta$  es la viscosidad cortante,  $\eta_0$  y  $\eta_{\infty}$  son viscosidades asintóticas a baja velocidad de corte y alta velocidad de corte, respectivamente.  $K$  es una constante del modelo con dimensiones de tiempo (s), y  $m = 1 - n$  es otra constante que indica el grado de pseudoplasticidad la cual no tiene dimensiones. Cuando este modelo es usado para describir líquidos no-Newtonianos, el grado de adelgazamiento está regido por el valor de  $m$ , cuando  $m$  tiende a cero describe más a un fluido Newtoniano, cuando el fluido es más pseudoplástico el valor de  $m$  tiende a la unidad (Barnes, 2000). En la Tabla 2.3 se muestran algunos valores para los parámetros del modelo de Cross.

**Tabla 2.3.** Parámetros del modelo de Cross para algunos materiales (Makosko, 1994)

Material	$\eta_0$ (Pa.s)	$\eta_{\infty}$ (Pa.s)	$K$ (s)	$n$
ABS (200°C)	45,000	-	2.5	0.40
Sangre	0.125	0.005	52.5	0.285
Goma Xantana	15	0.005	10	0.20
Yogurt	10	0.004	0.26	0.1

**Modelo de Ostwald-de Waele (Ley de la potencia).** En muchas situaciones,  $\eta_0 \gg \eta_{\infty}$  y  $K \gg 1$ , y  $\eta_{\infty}$  es muy pequeño. Entonces la ecuación de Cross (ecuación 6) se reduce a la bien conocida ley de la potencia (o modelo de Ostwald-de Waele), es el cual está dado por:

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad \text{o} \quad \eta = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad (7)$$

donde,  $k$  es denominado índice de consistencia y  $n$  es el índice de comportamiento al flujo.  $\eta$  y  $\tau$  son la viscosidad cortante y los esfuerzos cortantes, respectivamente. En este modelo, el índice consistencia  $k$  tiene unidades de  $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$  y el índice de comportamiento al flujo no tiene dimensiones, usualmente el rango es de 1 para fluidos Newtonianos y se aproxima a cero para fluidos no-Newtonianos. La descripción de la ecuación 7 es adecuada para muchos líquidos estructurados en velocidades de corte de 1 a  $10^3 \text{ s}^{-1}$  o más, pero por encima  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , se dan algunos aplanamientos (Barnes, 2000).

Este modelo ha sido utilizado extensamente para modelar procesos de polímeros (Makosko, 1994). Una de las desventajas de la ley de la potencia es que esta falla al describir la región de bajas velocidades de corte.

#### **2.4.4. Viscoelasticidad**

La elasticidad dentro de la reología, se refiere a las propiedades mecánicas de los sólidos elásticos, los cuales se rigen por la ley de Hooke en donde el esfuerzo es directamente proporcional a la deformación pero independiente de la rapidez de deformación. Las propiedades de los líquidos viscosos se rigen por la ley de Newton que establece que el esfuerzo es proporcional a la rapidez de deformación pero independiente de la deformación. Aquellos materiales que presentan propiedades intermedias a las descritas por la ley de Hooke y la ley de Newton se les denominan materiales viscoelásticos. Estos materiales se caracterizan por la presencia de una estructura tridimensional incompleta que se destruye por aplicación de un esfuerzo y sólo se recupera parcialmente cuando el esfuerzo es removido. Mientras más completa y resistente a la ruptura es la estructura, más pronunciada es su elasticidad, y mientras más fácil se rompa su estructura, mayor es su comportamiento viscoso. El comportamiento viscoelástico de los materiales depende de la naturaleza de éstos pero también del tiempo de observación del experimento y del tiempo característico del sistema el cual se define como el tiempo que le toma al sistema relajar algún esfuerzo aplicado.

El esfuerzo o la rapidez de deformación se aplican en forma diferencial y la relación entre la deformación y el esfuerzo en función del tiempo se puede expresar por medio de ecuaciones diferenciales lineales con coeficientes constantes, entonces se tiene un comportamiento viscoelástico lineal, donde la dependencia de la relación esfuerzo/deformación es una función del tiempo (o frecuencia) y no de la magnitud del esfuerzo.

Así pues, el término de “viscoelasticidad” hace referencia a la coexistencia de propiedades viscosas y elásticas de un material. Cuando el cuerpo es sometido a un esfuerzo o a una deformación, en su interior se generan “reacomodos” moleculares que requerirán tiempos finitos de acuerdo a la estructura del material. Cuando el tiempo invertido en estos es menor al tiempo de observación, el comportamiento de este material se describirá como “comportamiento viscoso”. En consecuencia, cuando los reacomodos en el interior del cuerpo se llevan a cabo en tiempos muy grandes, mayores al tiempo de observación, el comportamiento se describe como “elástico”.

**Viscoelasticidad lineal.** La viscoelasticidad lineal es aplicada cuando la deformación encontrada por los materiales es suficientemente pequeña, para que el material no modifique su estado de equilibrio, una característica del comportamiento lineal es que las propiedades reológicas medidas son independientes de la magnitud de la deformación o el esfuerzo aplicado, y las relaciones entre el esfuerzo, la deformación y su dependencia con el tiempo son descritos generalmente por ecuaciones constitutivas o ecuaciones reológicas de estado. Como se menciona anteriormente, los fluidos viscoelásticos se caracterizan por presentar a la vez tanto propiedades viscosas como elásticas. Esta mezcla de propiedades puede ser debida a la existencia en el líquido de moléculas muy largas y flexibles o también a la presencia de partículas líquidas o sólidos dispersos. El comportamiento viscoelástico es inherente a todas las dispersiones de macromoléculas, sistemas multifase y estructuras de tejidos. Muchos de los fluidos y semisólidos poseen esta naturaleza. El comportamiento viscoelástico es particularmente relevante en situaciones de movimiento inconstante, esto es, cuando los esfuerzos o deformaciones están cambiando con el tiempo. Por lo que la respuesta dinámica de los materiales viscoelásticos puede ser utilizada para obtener información de aspectos estructurales de un sistema a nivel molecular o predecir el comportamiento a una escala macroscópica.



Uno de los modelos que describe el comportamiento viscoelástico es el de Maxwell. A partir de este modelo se pueden obtener funciones que representen los módulos de almacenamiento y disipación ( $G'$  y  $G''$ ), resultando las siguientes ecuaciones:

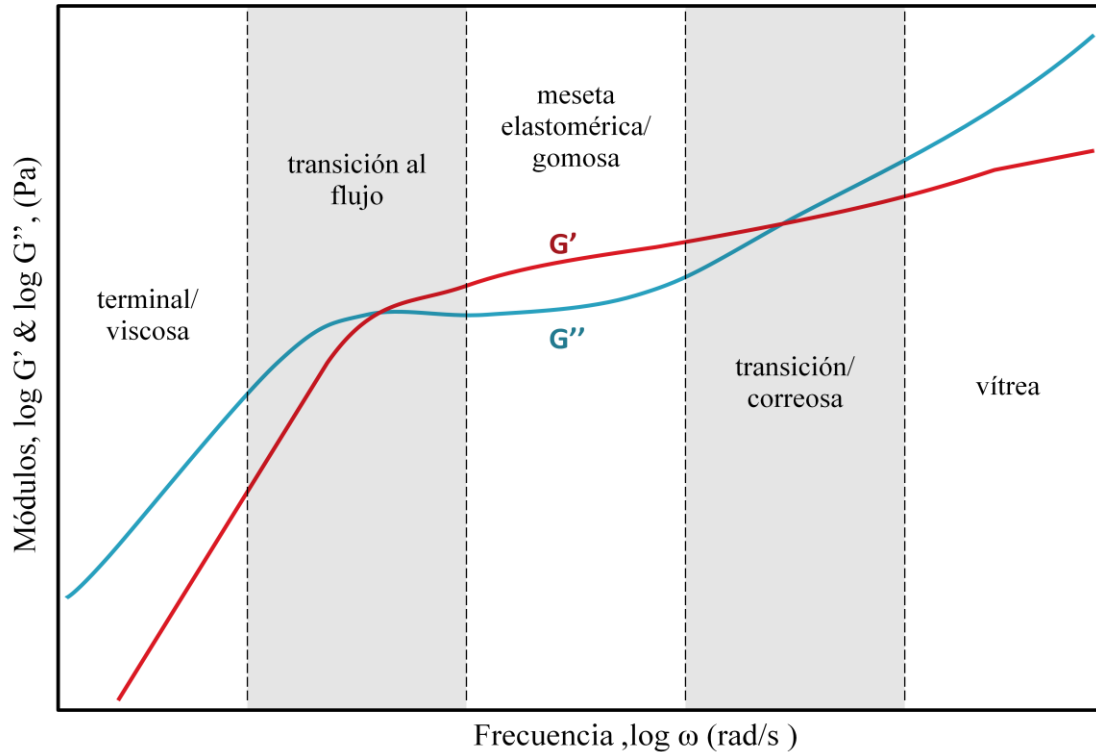
$$G' = \eta_0 \frac{\lambda \omega^2}{1 + (\lambda \omega)^2} = G \frac{(\lambda \omega)^2}{1 + (\lambda \omega)^2} \quad (8)$$

$$G'' = \eta_0 \frac{\omega}{1 + (\lambda \omega)^2} = G \frac{\lambda \omega}{1 + (\lambda \omega)^2} \quad (9)$$

En la viscoelasticidad lineal las funciones materiales: los módulos de almacenamiento,  $G'$  y de pérdida,  $G''$ , indican la cantidad de energía que se almacena en el material en cada ciclo de deformación, y el último es un indicativo de la cantidad de energía disipada durante cada ciclo de deformación. De esta manera, para un sólido perfectamente elástico, donde toda la energía se almacena y se recupera en cada ciclo,  $G''$  tendrá un valor de cero y el esfuerzo y la deformación estarán en fase ( $\delta=0$ ); contrariamente, para un líquido perfectamente viscoso, donde toda la energía se disipa en forma de calor,  $G'$  tendrá un valor de cero y el esfuerzo y la deformación estarán desfasados  $90^\circ$ . Por lo tanto, para un material viscoelástico donde tanto la componente elástica como la viscosa están presentes, el ángulo de desfasamiento ( $\delta$ ) tendrá un valor intermedio entre  $0^\circ$  y  $90^\circ$ .

Para la mayoría de las macromoléculas (por encima del peso molecular crítico MC, el cual se define como el peso molecular en donde se empiezan a observar interacciones entre cadenas) se han identificado cuatro zonas viscoelásticas: vítrea, transición, meseta o plástica, y terminal o de flujo (Figura 2.16). Donde, la zona terminal está representada a bajas frecuencias y tiene como características generales pendientes de 1 para  $G''$  y 2 para  $G'$  en escala logarítmica: la zona de terminal sigue a la zona de meseta y empieza por un máximo en  $G'(\omega)$  denominado  $G'_m$  y se presenta en una frecuencia  $\omega_m$ ; luego  $G''$  pasa por un mínimo para volver a aumentar, en esta zona  $G'$  permanece relativamente constante y se denomina como módulo de meseta ( $G_{N0}$ ); en la zona de transición  $G''$  vuelve a ser mayor que  $G'$ , y por

último, en el inicio de la zona vítrea vuelven a cruzarse  $G'$  y  $G''$ , siendo  $G''$  menor que  $G'$ , la cual se vuelve casi constante.



**Figura 2.16.** Curva maestra para los módulos de almacenamiento y de pérdida en el dominio de la frecuencia

Con lo descrito anteriormente, se puede observar en los espectros dos tiempos de relajamiento: en la región de transición, para tiempos de relajación cortos; y en la terminal, para tiempos de relajación largos. En la zona de transición las propiedades viscoelásticas están dominadas por rearrreglos de segmentos moleculares, los cuales son lo suficientemente cortos para no depender tanto de entrecruzamientos con otras cadenas, como del peso molecular de dichas cadenas. En cambio, en la zona terminal y de meseta las propiedades son dominadas por diferentes factores que imponen al sistema restricciones topológicas, como es la presencia de una red de entrecruzamientos, las cuales impiden de manera significativa movimientos, configuraciones de largo alcance. Por lo tanto, en el estudio de estos procesos de relajación más lentos se deben considerar tanto el peso molecular como la distribución del peso molecular de las cadenas del sistema.

## CAPÍTULO 3

### MARCO METODOLÓGICO

---

Algo he aprendido en mi larga vida: que toda nuestra ciencia, contrastada con la realidad, es primitiva y pueril; y, sin embargo, es lo más valioso que tenemos.

Albert Einstein (1879-1955)

### 3.1. Diseño experimental

En esta investigación se utilizó un diseño factorial  $2^3$  ampliado con 3 corridas centrales, ya que este tipo de diseños experimentales permiten analizar los efectos principales y combinados para cada uno de los factores (temperatura del aire de secado a la entrada,  $X_1$ ; Velocidad del atomizador,  $X_2$ ; flujo de alimentación de mucílago,  $X_3$ ) sobre las variables dependientes del proceso como los son el rendimiento, el contenido de humedad, las propiedades reológicas, etc. El aumento de las corridas centrales se hace para conocer la curvatura del proceso así como para determinar mejor el error experimental (Montgomery, 2005).

El orden en el que se ejecutaron las condiciones experimentales fue de manera aleatoria, esto con el fin de evitar efectos de factores externos (Tabla 3.1).

**Tabla 3.1.** Diseño factorial  $2^3$  con 3 corridas centrales

Tratamiento	Valores reales			Variables codificadas		
	$T_e$ (°C)	V (rpm)	$F_a$ (L/h)	$X_1$	$X_2$	$X_3$
B1	130	21,000	2.3	-1	-1	-1
B2	170	21,000	2.3	+1	-1	-1
B3	130	24,000	2.3	-1	+1	-1
B4	170	24,000	2.3	+1	+1	-1
B5	130	21,000	3.3	-1	-1	+1
B6	170	21,000	3.3	+1	-1	+1
B7	130	24,000	3.3	-1	+1	+1
B8	170	24,000	3.3	+1	+1	+1
*C1	150	22,500	2.8	0	0	0
*C2	150	22,500	2.8	0	0	0
*C3	150	22,500	2.8	0	0	0

\* Punto central

## **3.2. Materiales y métodos**

### **3.2.1. Material**

Los cladodios de la especie *Opuntia ficus indica* en una edad promedio de 18 meses, fueron recolectados de un mismo lote aleatoriamente en el “Rancho Tlapanochestli” (San Bartolo Coyotepec, Oaxaca) en Noviembre-2008. Los nopales con una humedad inicial del 91% bs fueron lavados cuidadosamente bajo chorros de agua a temperatura ambiente  $\sim 25^{\circ}\text{C}$ , utilizando un cepillo de cerdas plásticas.

### **3.2.2. Extracción de mucílago**

No existe una técnica estandarizada para extraer el mucílago debido a que el método cambia según la fuente (cladodio o fruto) y de la parte específica de la planta (piel, pulpa o semillas). En este estudio se optó por una extracción acuosa ya que es un método sencillo y con tiempos de extracción relativamente cortos.

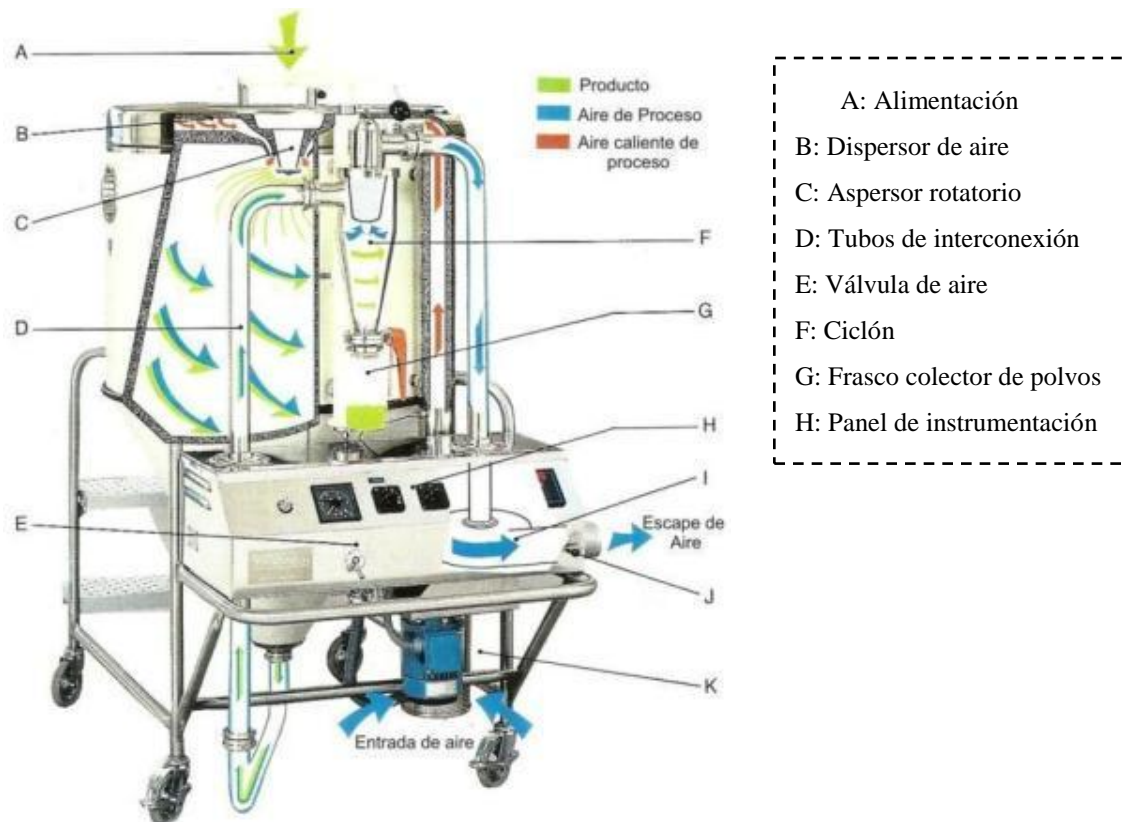
Los cladodios fueron cortados en rebanadas pequeñas con un área y espesor de  $0.00375\text{ m}^2$  y  $2 \pm 0.2\text{ mm}$ , respectivamente, usando un cuchillo de acero inoxidable y un rebanador de verduras. Las rebanadas se colocaron en un recipiente de acero inoxidable y se agregó agua destilada a  $25^{\circ}\text{C}$  en una relación de agua/materia de 3:1 L de agua/kg de nopal, posteriormente se calientan a una temperatura  $86^{\circ}\text{C}$  que permanece constante durante 3.6 h de acuerdo a lo reportado por Cai & cols. (2008) para maximizar el rendimiento del extracto. El mucílago extraído con una concentración de  $2^{\circ}\text{Brix}$  se separó de la masa sólida por decantación, el extracto ( $\text{pH } 4.8 \pm 0.26$ ) se filtró utilizando un tamiz metálico No. 100 y finalmente se almacenó en refrigeración a  $4^{\circ}\text{C}$  para su posterior estudio. En el Anexo B se presentan imágenes del proceso de extracción.

### **3.2.3. Secado por aspersion (SA)**

Un secador por aspersion de escala planta piloto Mobile Minor (Niro Inc., Dinamarca) equipado con un atomizador rotatorio y con flujo concurrente de aire-producto, fue empleado para obtener los polvos de mucílago de nopal de *Ofi* (Figura 3.1), con las siguientes características:

**Tabla 3.2.** Especificaciones del secador

Tipo de secador	Mobile Minor, modelo básico
Cámara	Diámetro: 800 x 620 mm/ cono 60°, cámara interna de lámina de AISI 316, revestimiento de acero dulce pintado
Sistema de escape	Diámetro del Ciclón 140 CHE. Opción: filtro de cartucho
Calentamiento	Calentador eléctrico, 7.5 kW Temperatura máxima de entrada de 350°C
Equipo de atomización	Atomizador rotatorio, con impulso neumático
Colector de polvos	Único punto en el marco del ciclón.
Bomba	Peristáltica, de control infinitamente variable, local. Consumo de potencia: 0.1 kW
Ventilador	Ventilador de escape Motor de ventilador: 0.25 kW / 2900rpm.
Velocidad de secado con temperatura de aire a la entrada de 200°C	80 Kg/h
Temperaturas máximas de operación	Aire a la entrada 350°C (662°F) Aire de salida 120°C (248°F)
Capacidad de Secado	Entre 1-7 kg de agua evaporada/h dependiendo de los parámetros escogidos
Requerimientos de espacio	1800 25 x 2200 mm
Peso	280 kg



**Figura 3.1.** Secador por aspersión Niro®, Mobile Minor

### 3.2.4. Mediciones de propiedades físico-químicas

**pH.** Se usó el método de la AOAC 32.010 (1984) a través de un potenciómetro digital (Orion, modelo 420 A). Antes de realizar las mediciones de pH, el potenciómetro se calibró usando dos soluciones buffer de calibración de 4 y 7 de pH. Para medir el pH de mucílago extraído se sumerge el electrodo, de manera de cubrir perfectamente el sensor, se toma la lectura en la pantalla de LCD y finalmente se saca el electrodo y se enjuaga con agua destilada.

**Grados °Brix.** Los grados °Brix representan los azúcares solubles presentes en el extracto acuoso de nuestro mucílago, por lo cual se midieron antes de pasarlo al SA, pues da una idea del total de sólidos solubles que podemos obtener en el secado.

Se empleó un refractómetro manual con compensación de temperatura (Westover, modelo RHB-32ATC). El procedimiento es el siguiente; se coloca una o dos gotas de

mucílago en el prisma del refractómetro, luego se dirige hacía una fuente de luz y se toma el valor indicado en la escala, las mediciones se hicieron por triplicado.

**Contenido de humedad.** El por ciento de humedad de los cladodios en fresco se midió en una balanza de radiación infrarroja (AND, modelo AD-4714A). Los parámetros del equipo se ajustaron a una temperatura de secado de 105 °C y un tiempo de 90 min. El equipo se tara con su respectiva charola. Una muestra de 3-4 g de cladodios rebanados se coloca en la charola, procurando que la operación sea rápida para evitar pérdida de humedad. El porcentaje de humedad se presenta en la pantalla de LCD del equipo directamente.

La humedad de los polvos de mucílago se determinó con AOAC 31.005, (1984) para azúcares. Se midieron de 2-5 g de muestra y se colocaron en recipientes de (Ni, Pt o Al), a peso constante. Se introdujeron en una estufa de secado a 60°C por 2 h bajo una presión de vacío de 6.7 kPa. La estufa tenía un desecante ( $P_2O_5$ ), para remover el vapor de agua durante el secado. Una vez transcurrido el tiempo de secado el recipiente se extrajo de la estufa y se colocó en un desecador, y se peso. El proceso de secado se repitió por intervalos de una hora hasta que el cambio de peso sucesivo fue menor a 2 mg.

**Rendimiento de polvos.** El rendimiento de polvos secos obtenidos se determinó de acuerdo a la siguiente relación:

$$y = \frac{(PV_2 - PV_1) - X_{bh}(PV_2 - PV_1)}{V_M S_T} 100 \quad (10)$$

donde,  $PV_2$  es el peso del vaso + el peso de los polvos en g,  $PV_1$  es el peso del vaso en g,  $S_T$  son los sólidos totales en g/L,  $V_M$  es el volumen alimentado de mucílago en L,  $X_{bh}$  es el contenido de humedad del polvo en base húmeda, y  $y$  es el rendimiento de polvos en % base peso seco.

El peso del vaso con la muestra ( $PV_2$ ) se usó una balanza digital (Sartorius, ED4202S-CW). El peso se midió inmediatamente después de prueba de secado, manteniendo cerrado el recipiente y dejándolo enfriar en un desecador por 10 minutos.



El vaso colector se lavó y se colocó en una estufa de secado durante 30 min a 90°C. Este se saco y se dejo enfriar dentro de un desecador. Finalmente se tomó el peso y se repitió la operación anterior hasta llegar a peso constante, para registrar el peso del vaso vacío ( $PV_1$ ).

**Sólidos totales.** La norma mexicana (NMX-F-510-1988) para sólidos totales en leche se adapto para calcular los sólidos totales en mucílago de nopal. El mucílago se homogeniza por agitación e inversión repetida del recipiente que la contiene, evitando la formación de espuma. Una muestra de 2 mL de mucílago se colocó en una cápsula a peso constante, con cama de gasa. La cápsula se colocó en un baño maría hasta llegar a sequedad. Esta se transfiere a una estufa de secado a 98-100°C durante 3 horas. Finalmente el residuo a peso constante se dejó enfriar dentro de un desecador y fue medido su peso.

Los sólidos totales en el mucílago se calcularon de acuerdo a la siguiente ecuación.

$$S_T(g/l) = \left( \frac{P_2 - P_1}{V} \right) 1000 \quad (11)$$

En donde,  $P_2$  es la masa de la cápsula con residuo seco en g,  $P_1$  es la masa de la cápsula con la cama de gasa en g,  $V$  es el volumen de la muestra en mL.

**Isotermas de adsorción de agua.** Las isotermas de sorción se definen como la relación entre el actividad de agua (o humedad relativa del aire en el ambiente) y el contenido de humedad del material al equilibrio a una temperatura constante (Lahsasni & cols., 2003; Lahsasni & cols., 2004). El contenido de humedad inicial se determinó por secado en estufa a vacío a la muestra de mucílago obtenida bajo las condiciones del punto central:  $T_e=150$  °C;  $F_a=2.8$  L/h;  $V=22500$  rpm. Las isotermas de adsorción de agua se determinaron mediante el método gravimétrico estático. Este método se basa en el uso de soluciones de sales saturadas para mantener constante una humedad relativa (HR); sin embargo, este método requiere un tiempo muy largo para llegar al equilibrio higroscópico, pero tiene la ventaja de presentar un dominio más restringido de la variación del contenido de humedad. Nueve soluciones fueron empleadas con intervalo de actividad de agua ( $a_w$ ) de 0.11-0.89 (Tabla 3.3).

La actividad de agua está definida por la siguiente relación:

$$a_w = \frac{P_w}{P_{w0}} = \frac{HR}{100} \quad (12)$$

donde,  $P_w$  es la presión parcial de vapor de agua en el alimento y  $P_{w0}$  es la presión de vapor de agua pura a la misma temperatura.

**Tabla 3.3.** Soluciones saturadas de sales y su correspondiente  $a_w$

Sal	$a_w$ (20 °C)	$a_w$ (30 °C)	$a_w$ (40 °C)	$a_w$ (50 °C)
LiCl	0.114	0.113	0.112	0.111
CH <sub>3</sub> COOK	0.23	0.23	0.23	0.23
MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0.3335	0.324	0.3145	0.305
K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.446	0.442	0.438	0.434
Na <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.545	0.544	0.543	0.542
KI	0.696	0.679	0.662	0.645
NaCl	0.7545	0.751	0.7475	0.744
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.813	0.806	0.799	0.792
BaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.899	0.898	0.891	0.8823

Frascos herméticos (microclimas) con las soluciones saturadas se acondicionaron a las temperaturas de trabajo de 20, 30, 40 y 50 °C durante 24 h, antes de introducir las muestras. En recipientes de plásticos previamente tarados se colocó aproximadamente 1 g de polvo pesado en una balanza analítica (Sartorius, SP211D) con una exactitud de  $\pm 0.0001$ g. Los recipientes con las muestras de mucílago se colocaron dentro de los microclimas y se pasaron a una estufa para mantenerlos a las temperaturas de trabajo. Las nueve muestras se pesaron cada día, hasta conseguir una variación menor de 0.001 g. El contenido de humedad en el equilibrio ( $X_{eq}$  en g agua/g s.s.) se calcula a partir del peso de agua adsorbida o perdida, según el caso, hasta alcanzar el equilibrio y teniendo en cuenta la humedad inicial de polvo de mucílago (Uribe & cols., 2008).

Los datos experimentales ( $X_{eq}$  versus  $a_w$ ) se ajustaron al modelo de GAB (ecuación 13) y al modelo de BET (ecuación 14).

$$X_{eq} = \frac{K X_m C a_w}{(1 - K a_w)(1 + (C - 1))K a_w} \quad (13)$$

donde,  $X_{eq}$  es el contenido de humedad en el equilibrio en g agua/g s.s.,  $X_m$  es la humedad de monocapa en g agua/g s.s.,  $C$  es una constante relacionada con el calor de sorción de la monocapa,  $K$  es una factor relacionado con el calor total de sorción de la multicapa, y  $a_w$  es la actividad de agua.

$$X_{eq} = \frac{X_m C a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1)) a_w} \quad (14)$$

donde,  $a_w$  es la actividad de agua,  $X_{eq}$  es la humedad de equilibrio en g agua/g s.s.,  $X_m$  es la humedad de la monocapa en g agua/g s.s., y  $C$  es una constante relacionada con el calor de sorción de la primera capa.

A partir de los datos generados para el valor de la monocapa  $C$  en el modelo de GAB se procedió a calcular el área de superficie del sólido mediante la siguiente ecuación (Cadden, 1985):

$$ASS = X_m \left( \frac{N \cdot A_{H_2O}}{MW_{H_2O}} \right) \quad (15)$$

donde,  $ASS$  es la área de superficie del sólido en  $m^2/kg$  sólido,  $X_m$  es el contenido de humedad en la monocapa en  $kg H_2O/kg$  s.s.,  $MW$  es el peso molecular del agua ( $18 kg/kmol$ ),  $N$  es el número de Avogadro ( $6 \times 10^{23}$  moléculas/kmol), y  $A$  fue el área de una molécula de agua ( $10.6 \times 10^{-20} m^2$ ).

Con los datos experimentales se calculó el calor isostérico neto de adsorción ( $q_{sn}$ ) empleando la ecuación (16). El calor isostérico total de sorción ( $Q_{st}$ ) fue obtenido por la adición del calor latente de vaporización de agua pura al calor isostérico neto (ecuación 17).

$$q_{sn} = -R \frac{\partial \ln(a_w)}{\partial (1/T)} \quad (16)$$

$$Q_{st} = q_{sn} + L_v \quad (17)$$

Donde, T es la temperatura absoluta en °K, R es la constante universal de los gases (0.46188 kJ/kg H<sub>2</sub>O.K), q<sub>sn</sub> es el calor isostérico neto en kJ/kg H<sub>2</sub>O, Q<sub>st</sub> es el calor isostérico total en kJ/kg H<sub>2</sub>O, y L<sub>v</sub> es el calor latente de vaporización (2413.57 kJ/kg H<sub>2</sub>O).

La ecuación (18) se utilizó para ajustar los datos experimentales de Q<sub>st</sub> en función del contenido de humedad en el equilibrio (bs). Los coeficientes C y b fueron determinados por aplicación de la técnica de regresión no lineal (Soysal & Öztekin, 2001).

$$Q_{st} = C \exp(-bX_{eq}) + L_v \quad (18)$$

**Densidad aparente.** La densidad aparente es una característica importante de los polvos secados por aspersion para el almacenamiento y transporte de los mismos (Walton & Mumford, 1999). La densidad aparente se midió a una muestra de aproximadamente 1 g que se colocó dentro de un cilindro graduado de 10 mL. El polvo se asentó mediante unos ligeros golpes desde una altura de 10 cm contra con un tapete de caucho. La densidad aparente se calculó como la relación del peso entre el volumen ocupado (g/mL) (Cai & Corke, 2000; Chegini & Ghobadian, 2007).

### 3.2.5. Preparación de la muestra testigo, liofilización (SL)

Para este estudio se eligió un secado por liofilización (SL) como muestra testigo, debido a que se ha demostrado que no altera drásticamente las propiedades del material. El secado se llevo a cabo en una liofilizadora (LABCONCO-FreeZone, USA), para un volumen de 1000 ml de mucílago durante 72 hrs a -55°C y a una presión de 0.040mBar.

### 3.2.6. Preparación de las disoluciones de mucílago

Los polvos de mucílago secados (SA) a diferentes condiciones fueron resuspendidos en agua desionizada (pH~5.6) usando un agitador magnético (Thermo Scientific, Telesystem) a 500 rpm, durante 3 h a temperatura constante de 25°C. Tres concentraciones fueron preparadas para observar el efecto de la concentración (1, 3 y 6 % p/v) en su respuesta mecánica al flujo.

### 3.2.7. Mediciones reológicas

**Reómetro de esfuerzos controlados.** Las mediciones reológicas fueron llevadas a cabo mediante un reómetro de esfuerzos controlados AR2000 (TA Instrument Ltd., Crwaley, UK) (Figura 3.2). La temperatura fue controlada mediante un baño de agua (Haake, F3) conectado a un sistema Peltier.



**Figura 3.2.** Reómetro de esfuerzos controlados TA Instrument®, AR 2000

**Pruebas de cizalla simple.** Las mediciones a cizalla simple fueron determinadas a 25°C sobre un intervalo de velocidad de corte de 1 a 600 s<sup>-1</sup>. Una geometría de cilindros concéntricos de aluminio (doble Gap) fue empleada (diámetros del cilindro interno, 20.38 mm; diámetro del cilindro externo, 21.96 mm y altura de 59.50 mm). La viscosidad fue

estimada en función de la velocidad de corte,  $\eta(\dot{\gamma})$ . Los datos experimentales fueron correlacionados con dos modelos reológicos: modelo de Ostwald-de Waele y modelo de Cross (ver 2.4.3.1 y 2.4.3.2).

Nota: la selección de los modelos reológicos se basó en el mejor ajuste de los datos de viscosidad contra velocidad de corte, tomando en cuenta la desviación estándar y el coeficiente de correlación de las regresiones.

**Prueba de cizalla oscilatoria de baja amplitud de deformación.** La región viscoelástica lineal fue determinada para las muestras a través de un barrido de deformación a una frecuencia angular de 31.42 rad/s. Las propiedades viscoelásticas (módulo de almacenamiento  $G'$  y módulo de pérdida  $G''$ ) de todas las suspensiones (incluyendo el blanco) fueron determinadas dentro de la región viscoelástica lineal. A fin de evitar colapsar la estructura del material, ya que este tipo de pruebas de pequeña amplitud de deformación son pruebas no destructivas.

Las pruebas de barrido de frecuencia fueron llevadas a 25°C en un rango de frecuencia angular de 1-600 rad/s, para todas las muestras. La amplitud de la deformación para las mediciones de barrido de frecuencia fue estimada previamente mediante pruebas de barrido de deformación y fijada a 25 % para todos los casos.

### **3.2.8. Distribución de tamaño de partícula (DTP)**

El tamaño de partícula de los polvos resuspendidos al 6 % (p/v) fue cuantificado con un analizador de tamaño de partícula Mastersizer 2000 (Malvern Instrument Ltd, UK) mediante difracción de rayo láser (condiciones empleadas: I.R de la suspensión, 1.34; I.R. del agua, 1.330; Absorbancia, 0.1) Para la estimación del tamaño de partícula los polvos de mucílago resuspendidos en agua desionizada (pH~5-6) por agitación continua durante 3h.

### **3.2.9. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

Las temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) fue determinada para la muestra en polvo obtenida bajo las condiciones del punto central del diseño experimental, por DSC en un calorímetro DSC-7 (Perkin-Elmer, Norwalk, CT, U.S.A.), el proceso de calentamiento fue de 20 hasta 80°C con una rampa constante de 10°C/min, en una atmosfera de nitrógeno, con

flujo de 30 ml /min. El peso de la muestra se encuentra comprendido entre  $8 \pm 0.2$  mg. Se utilizó una capsula vacía (Perkin-Elmer, 0219-0071) como referencia.

### **3.2.10. Microscopía electrónica de barrido**

La estructura física de los polvos SA (condiciones de punto central) y SL fue estudiada mediante micrografías usando un microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL (JSM-6360ZX, Tokyo, Japón). Las muestras revestidas con oro fueron analizadas a diferentes ampliaciones.

CAPÍTULO 4  
**RESULTADOS Y DISCUSION**

---

Lo poco que he aprendido carece de valor, comparado con lo que ignoro y no desespero  
en aprender.

René Descartes (1596-1650)



## 4.1. Elección del método de extracción

Pruebas iniciales de secado de mucílago se hicieron en un secador por aspersión de nivel laboratorio (Büchi, modelo B-290), el cual se operó bajo las siguientes condiciones de secado (Orozco & cols., 2007):

- Temperatura de aire de secado, 130°C.
- Temperatura del aire a la salida, 65-75°C.
- Presión de atomización, 6 kg/cm<sup>2</sup> (85.3 psi).
- Flujo de aire, 7 m<sup>3</sup>/h al 100 % en el aspirador.
- Flujo de alimentación, 7.5 ml/min.

Por medio de este estudio se evaluó el rendimiento de los polvos obtenidos por tres métodos de extracción, los cuales fueron: extracción acuosa (EA), escalde de los cladodios en una solución de KOH al 1 % y un posterior prensado (EKOH) y un prensado por compresión de los cladodios en una prensa mecánica de tornillo sinfín (C), adaptada con dos placas paralelas (ver Anexo B). También se probó el método de ultrafiltración (UF) como método de concentración de mucílago.

El máximo rendimiento tanto para mucílago con y sin UF se obtuvo con el método de EA, con una media de 7.5 ±0.5 mg de polvo seco por mL de mucílago líquido alimentado, esto es 1.6 veces más rendimiento que para el mucílago tratado con KOH. El mayor rendimiento podría explicarse por el grado de viscosidad del mucílago empleado en la EKOH que fue 4.5 veces mayor a la viscosidad del mucílago extraído por EA. La alta viscosidad ocasionó problemas al momento de secado, perdiéndose parte del mucílago en las paredes de la cámara de secado al pegarse en ella (Tabla 4.1). Se esperaba que el mucílago con mayor viscosidad diera el mayor rendimiento, sin embargo las condiciones del fluido en la alimentación afectaron el proceso de secado y su rendimiento, esto concuerda con lo reportado en bibliografía, pues Perry & Green (2003) mencionan que el contenido de sólidos, viscosidad, densidad y velocidad de alimentación tienen efecto sobre el rendimiento de polvos y en la calidad de los mismos.

**Tabla 4.1.** Rendimientos y viscosidad en la alimentación para disoluciones al 1 % (p/v) de mucílago SA a nivel laboratorio

Método de extracción	Rendimientos (g de polvo/ mL mucílago)	Viscosidad (25 °C) (cp)
EKOH	4.492	41.66
EA	7.001	9.25
C	6.906	9.16
* EA + UF (1 : 10)	8.025	
* EKOH + UF (1 : 6.25)	4.931	

\*UF-Ultrafiltrado en un cartucho de tipo fibras huecas (material=polisulfona; área=0.042 m<sup>2</sup>; diámetro interno (dh)=0.001 m; longitud (L)=0.27 m; número de fibras (N)-50; corte molecular=100 kDa)

Finalmente, los polvos obtenidos fueron resuspendidos a una concentración de 1 g/L con el propósito de determinar su comportamiento viscoso. Para esto se empleó un reómetro de esfuerzos controlados Anton Paar (Physica, MCR 301) con una geometría de platos paralelos (altura, 1 mm; diámetro externo, 50 mm) y a 25 °C, disponible en laboratorio del CIIDIR. Cabe aclarar que este tipo de geometrías no es la más adecuada para determinar curvas de flujo en disoluciones de baja viscosidad, sin embargo, dio resultados aceptables.

**Tabla 4.2.** Parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para mucílago SA a nivel laboratorio

Muestra	k (Pa.s <sup>n</sup> )	n	r <sup>2</sup>
C 1%(p/v)	0.0076	0.4718	0.9231
EA 1%(p/v)	0.0204	0.4150	0.8326
EKOH 1%(p/v)	0.0028	0.9023	0.3294
*UF-EKOH 1%(p/v)	0.0033	0.8022	0.4950
*UF-EA 1%(p/v)	0.0034	0.9491	0.1462
FRESCO POR C	0.0122	0.4324	0.9184
FRESCO POR EA	0.0044	0.7891	0.7578
FRESCO POR EKOH	0.0313	0.7820	0.9600

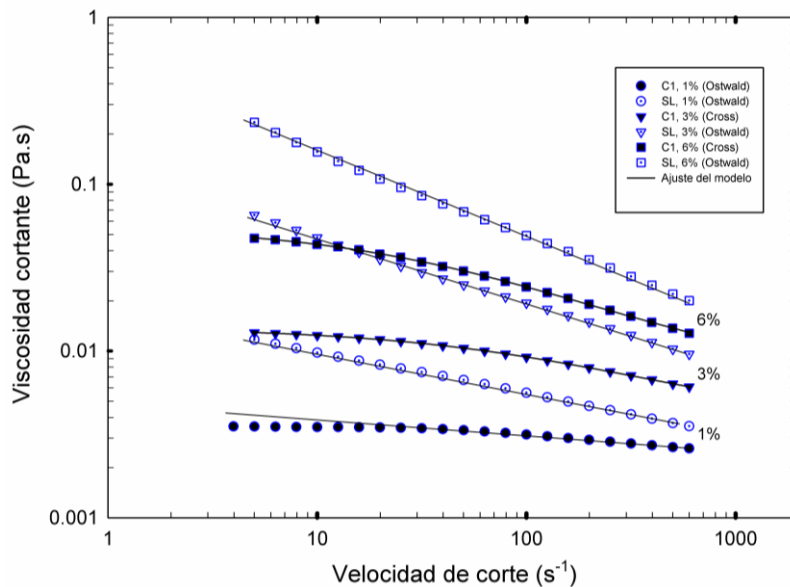
El valor promedio de índice de comportamiento (n) fue de 0.69 y el índice de consistencia (k) tuvo un valor promedio de 10 mPa.s<sup>n</sup> (Tabla 4.2). Parámetros similares fueron

encontrados por Orozco & cols. (2007) con  $n$  de 0.6 y  $k$  de 25 mPa.s<sup>n</sup>, por lo tanto, el SA puede ser considerado como una buena alternativa de deshidratado de mucílago de nopal, incrementándose el rendimiento de polvos mediante una extracción acuosa.

## 4.2. Efecto de las condiciones de secado en las propiedades reológicas

### 4.2.1. Efecto de la concentración en la viscosidad ( $\eta$ )

Curvas de flujo a la cizalla simple [ $\eta$  vs  $\dot{\gamma}$ ], como función de la concentración de mucílago se muestra en Figura 4.1. El comportamiento que exhibieron todas las muestras SA, se ejemplifica en este gráfico mediante (C1) y se compara con el blanco (SL), en general el comportamiento es de un fluido no-Newtoniano del tipo de adelgazamiento a la cizalla ( $n < 1$ ), es decir, la viscosidad disminuye conforme aumenta la velocidad de corte. En estudios previos se ha encontrado que la viscosidad en cizalla simple es función de la concentración de mucílago, temperatura, pH y fuerza iónica (Sáenz & cols., 2004).



**Figura 4.1.** Efecto de la concentración (1, 3 y 6 %) de mucílago en la viscosidad a la cizalla simple a 25°C

Este comportamiento es el resultado de un efecto de orientación de las grandes cadenas poliméricas presentes en dirección resultante al flujo inducido por la velocidad de corte,

mostrando una menor interacción entre las cadenas adyacentes, y en consecuencia disminuyendo su viscosidad (Koocheki & cols., 2009), este comportamiento es característico para este tipo de macromoléculas, y ya ha sido reportado previamente en la literatura (Cárdenas & cols., 1998; Cerezal & cols., 2007; Medina-Torres & cols., 2000; Morris & cols., 1981; Orozco & cols., 2007).

Dos modelos reológicos fueron utilizados para ajustar los datos experimentales, el modelo de Cross (ecuación 6, del capítulo 2) y el modelo de Ostwald-de Waele (ecuación 7, del capítulo 2).

En todas las figuras de comportamiento viscoso, los ajustes de los modelos reológicos se muestran mediante líneas continuas, los parámetros calculados de los ajustes de los modelos se presentan en la Tabla 4.3. Todos los ajustes tuvieron  $r^2 > 0.95$ .

Para todas las concentraciones estudiadas se observó que la viscosidad de la muestra SA (C1) fue menor a la obtenida para el blanco (SL). Lo que indica una disminución importante de la viscosidad provocada principalmente por el método de secado.

Los resultados indican una estructura más ordenada para las disoluciones reconstituidas de mucílago SL que tienden a comportarse como esferas no penetrables al momento de ser inducidas al flujo. La respuesta mecánica al flujo observada para mucílago SA es característica de una red de entrecruzamientos de un polímero con estructura de espiral al azar (random-coil) y ya ha sido reportado por algunos grupos de investigación tanto para mucílago como para otros polisacáridos (Morris & cols., 1981; Cárdenas & cols., 1997; Medina-Torres & cols., 2000).

Wang & cols. (2009) obtuvieron resultados similares para la goma de semillas de lino secada por diferentes métodos (secado en estufa a 80 °C, secado al vacío, liofilización, SA, adicionalmente se utilizó una precipitación con etanol), ellos reportaron que el SA fue el método que más afecta el comportamiento viscoso en cizalla simple, además de presentar una reducción de sus propiedades viscoelásticas principalmente el comportamiento elástico  $G'$  y reduciendo la temperatura de gelificación de la goma.

**Tabla 4.3.** Datos reológicos para las disoluciones de los polvos de mucílago a diferentes concentraciones

Tratamiento (Concentración)	pH	Modelo	Parámetros del modelo					DS
			n	k (Pa.s <sup>n</sup> )	$\eta_0$ (Pa.s)	$\eta_\infty$ (Pa.s)	K (s)	
B1-1%	5.38	Ostwald	0.8980	0.0050	//	//	//	2.2850
B2-1%	5.24	Ostwald	0.8969	0.0047	//	//	//	2.1670
B3-1%	5.33	Ostwald	0.8990	0.0049	//	//	//	2.5740
B4-1%	5.44	Ostwald	0.9280	0.0030	//	//	//	0.7980
B5-1%					*N/D			
B6-1%	5.43	Ostwald	0.8947	0.0052	//	//	//	2.1980
B7-1%	5.13	Ostwald	0.8872	0.0054	//	//	//	2.5560
B8-1%	5.25	Ostwald	0.8921	0.0047	//	//	//	2.9110
C1-1%	5.30	Ostwald	0.9048	0.0049	//	//	//	2.1670
C2-1%	5.25	Ostwald	0.8980	0.0050	//	//	//	1.9960
C3-1%	5.28	Ostwald	0.8959	0.0051	//	//	//	2.2630
SL-1%	5.38	Ostwald	0.7454	0.0181	//	//	//	0.9760
B1-3%	5.21	Cross	0.7143	//	0.0117	0.0031	0.0048	2.6640
B2-3%	5.19	Cross	0.7177	//	0.0142	0.0038	0.0095	7.9290
B3-3%	5.20	Cross	0.7612	//	0.0125	0.0032	0.0047	8.3690
B4-3%	5.23	Cross	0.4900	//	0.0107	0.0000	0.0021	9.5130
B5-3%					*N/D			
B6-3%	5.33	Cross	0.7802	//	0.0155	0.0038	0.0070	4.0040
B7-3%	5.06	Cross	0.4392	//	0.0175	0.0000	0.0062	15.0400
B8-3%	5.20	Cross	0.8275	//	0.0114	0.0033	0.0044	4.2750
C1-3%	5.11	Cross	0.7048	//	0.0132	0.0033	0.0070	1.4360
C2-3%	5.15	Cross	0.7122	//	0.0132	0.0033	0.0066	1.9380
C3-3%	5.22	Cross	0.7997	//	0.0126	0.0036	0.0070	3.3020
SL-3%	5.15	Ostwald	0.6072	0.1184	//	//	//	3.5240
B1-6%	5.02	Cross	0.6368	//	0.0538	0.0044	0.0183	1.0520
B2-6%	5.11	Cross	0.5613	//	0.0761	0.0027	0.0416	2.8230
B3-6%	5.10	Cross	0.6700	//	0.0533	0.0049	0.0194	1.5110
B4-6%	5.20	Cross	0.4160	//	0.0620	0.0000	0.0602	6.1770
B5-6%					*N/D			
B6-6%	5.29	Cross	0.6876	//	0.0631	0.0053	0.0242	4.3090
B7-6%	4.87	Cross	0.6971	//	0.0413	0.0050	0.0148	3.1020
B8-6%	5.02	Cross	0.7099	//	0.0564	0.0054	0.0178	3.0770
C1-6%	5.19	Cross	0.6791	//	0.0576	0.0053	0.0230	3.3700
C2-6%	5.06	Cross	0.6938	//	0.0559	0.0047	0.0193	2.0950
C3-6%	5.13	Cross	0.6302	//	0.0619	0.0040	0.0255	1.2770
SL-6%	5.10	Ostwald	0.4981	0.4981	//	//	//	5.5140

\*Dato no disponible

MgGarvie & Parolis (1981<sup>a,b</sup>) reportaron efectos moleculares debido a la hidrólisis parcial causada por efectos térmicos y por el pH en la molécula de mucílago de *Ofi*, generando una mayor concentración de ácido galacturónico conforme avanza el rompimiento, provocando así una reconfiguración estructural.

Mientras tanto Abu-Jdayil & cols. (2004) observaron un descenso en la viscosidad para tomate reconstituido SA en comparación con tomate en pasta, ellos atribuyen este descenso al efecto térmico que altera la estructura de las sustancias pectínicas principalmente por hidrólisis, estos mismo autores en su artículo mencionan que Harper & El-Sahrigi encontraron que la viscosidad aparente de los polvos reconstituidos de pasta de tomate solo mantienen una tercera parte del valor de viscosidad que originalmente tenían antes del SA.

Salvador & cols. (2001) reportaron un comportamiento similar de las propiedades reológicas para mezclas de goma xantana-gelatina secadas por aspersion.

En esta misma gráfica se observa que la muestra SA tiene un mejor ajuste al modelo de Ostwald-de Waele a concentraciones bajas. El modelo de Cross fue mejor para concentraciones  $> 3 \%$ , lo mismo se repitió en todos los casos SA (ver Tabla 4.3).

Los datos de viscosidad a cizalla simple de soluciones de polisacáridos en un amplio rango de velocidades de deformación, incluyendo la zona newtoniana a bajas velocidades de corte, son representados adecuadamente por el modelo de Cross. Este modelo es el que mejor describe soluciones de polisacáridos macromoleculares con configuración de espiral al azar, por ejemplo galactomanos y algunos otros polisacáridos no gelificantes como dextranos,  $\lambda$ -carrageninas, derivados de celulosa, entre otros (Morris & cols., 1981).

El ajuste de Cross para altas concentraciones se debe a que el modelo toma en cuenta la meseta Newtoniana. Esta aparece para las disoluciones de mucílago a concentraciones  $\geq 3 \%$ , la cual es más visible al incrementarse la concentración, indicando una probable estabilización de las cadenas del polímero a bajas velocidades de deformación, probablemente por entrecruzamientos aleatorios entre las cadenas, así como algunas interacciones no covalentes como fuerzas magnéticas, electrostáticas, y de Van der-Waals (Barnes, 2000; Goodwin & Hudhes, 2008; Malkin, 1994; Makosko, 1994; Morris & cols., 1981).

El pH de las disoluciones reconstituidas de mucílago varió de 5.4 a 4.8. Este depende de la concentración de mucílago empleado, acidificándose con forme el incremento en la

concentración (Tabla 4.3). Probablemente este cambio esté relacionado con la concentración de ácido urónico en la disolución.

En la Tabla 4.4 se presentan valores de los parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para diversas fuentes mucilaginosas.

**Tabla 4.4.** Parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para mucílagos y goma

Muestra	n	k (Pa.s <sup>n</sup> )	Referencia
MSA-170°C*	0.59	0.026	Orozco & cols. (2007)
MSA-130°C*	0.61	0.025	
MSA-170°C*	0.89	0.0047	Este trabajo
MSA-130°C*	0.89	0.0051	
Goma	0.56	0.15	Medina-Torres & cols. (2000)
Goma	0.9	0.008	Abrajám-Villaseñor (2008)
Goma de semilla de lino	0.95	0.033	Wang & cols., (2009)
Goma de <i>Alyssum homolocarpum</i> **	0.39	2.61	Koocheki & cols., (2009)

\*MSA- Mucílago de *Ofi* secado por aspersión

\*\* Suspensión al 1.5 % en agua desionizada

Los resultados obtenidos para mucílago deshidratado por aspersión son diferentes a los reportados en literatura (Orozco & cols., 2007) debido al tipo de atomizador empleado (un atomizador de boquilla produce gotas de tamaño más homogéneos y finos), además los tiempos de residencia para un secador de laboratorio son menores a los de un secador de escala piloto (1-7 kg de agua evaporada/h).

Las constantes obtenidas para mucílago por Abrajám-Villaseñor (2008), así como las obtenidas para la goma de lino, son muy parecidas a las reportadas en este trabajo. La diferencia entre estos resultados puede deberse al método de extracción, purificación, edad de la planta, factores ambientales de cultivo, época de la cosecha, entre los más importantes.

La goma de *Alyssum homolocarpum* tiene un mayor comportamiento pseudoplástico (~30%) y una consistencia 17 veces mayor que la reportada para la goma de *Ofi*, esto probablemente se deba al contenido de ácido urónico en la matriz polimérica.

#### 4.2.2. Efecto de $T_e$ , $F_a$ , y $V$ en la viscosidad cortante

El efecto de cada uno de los factores del SA sobre el comportamiento viscoso, se estudió gráficamente, comparando las muestras con un grado de libertad ( $L=1$ ); temperatura de aire a la entrada ( $T_e$ ), flujo de alimentación de mucílago ( $F_a$ ) y velocidad del atomizador ( $V$ ).

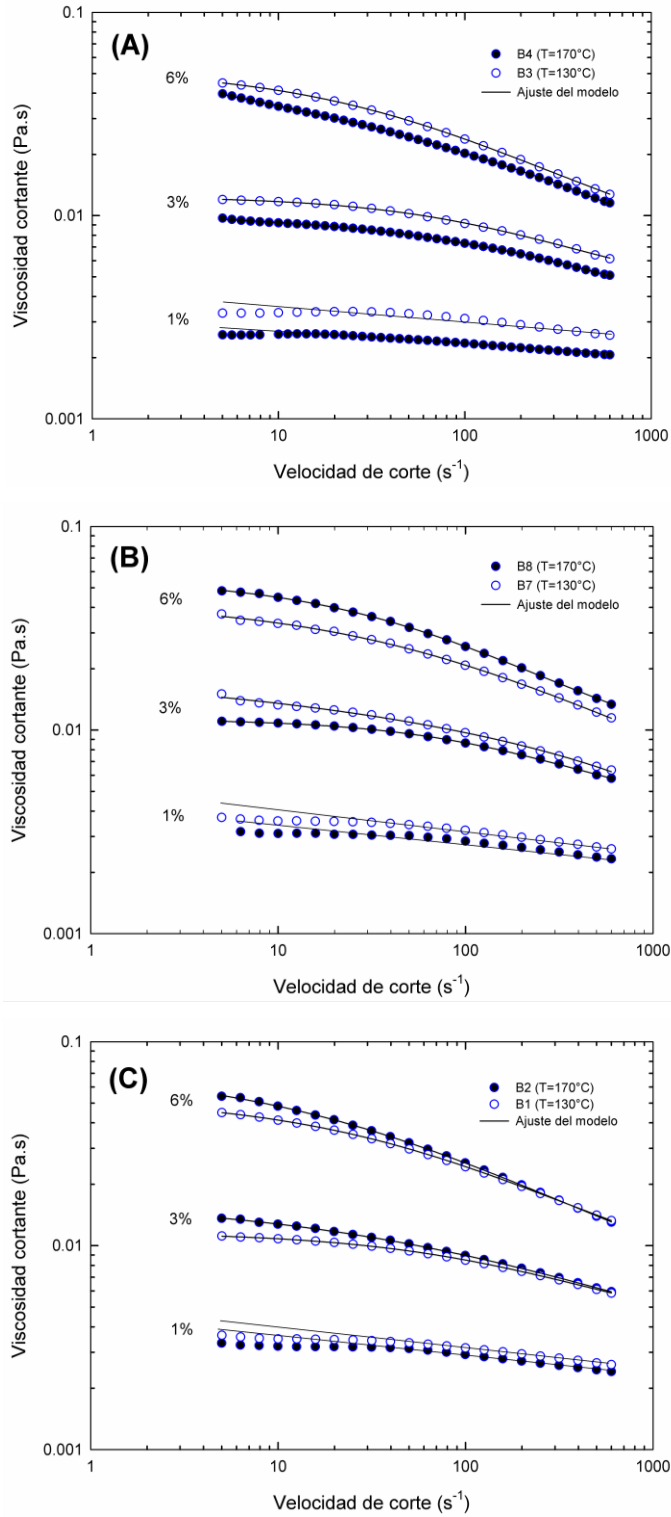
**Efecto de la temperatura de secado.** Un incremento en la  $T_e$  produce un decremento en la viscosidad cortante, este comportamiento se puede observar en la Figura 4.2.

La muestra secada a 170 °C (B4) registro una menor viscosidad para todas las concentraciones en comparación a su semejante secada a 130 °C (B3), esta tendencia solo se observa para las muestras B7 y B8 a concentraciones del 1 y 3 %, sin embargo a una concentración del 6 % la tendencia se invierte (Figura 4.2-B), finalmente para B1 y B2 (Figura 4.2-C) el comportamiento solo se observa al 1%, lo cual posiblemente se deba al grado de empaquetamiento de la goma a esa fracción volumétrica.

Este descenso de viscosidad se puede deber a que a temperaturas altas el gradiente de temperatura se intensifica provocando una rápida evaporación del agua y permitiendo la interacción entre el sólido seco y el calor, provocando así una degradación de la estructura molecular.

El tamaño y distribución de partícula también pueden estar influyendo en los resultados de viscosidad. En general cuando existe alta polidispersidad se presenta un descenso en la viscosidad.





**Figura 4.2.** Efecto de la temperatura de secado para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B4 y B3 (A), Muestras B8 y B7 (B), Muestras B2 y B1 (C)

**Efecto de la velocidad del atomizador.** Las disoluciones de mucílago presentaron un descenso en la viscosidad cortante al incrementarse  $V$ .

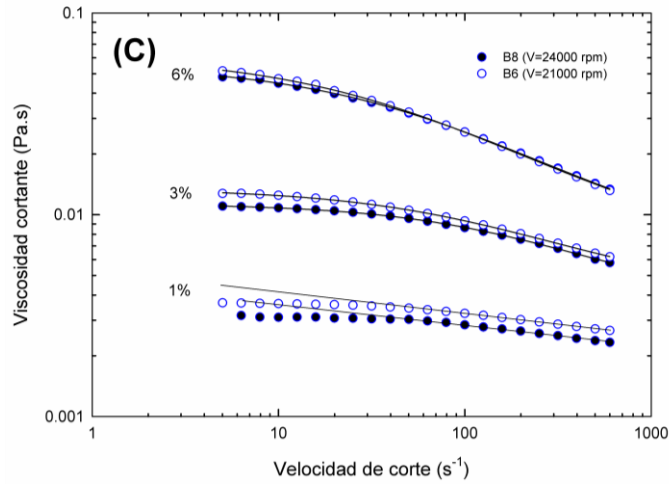
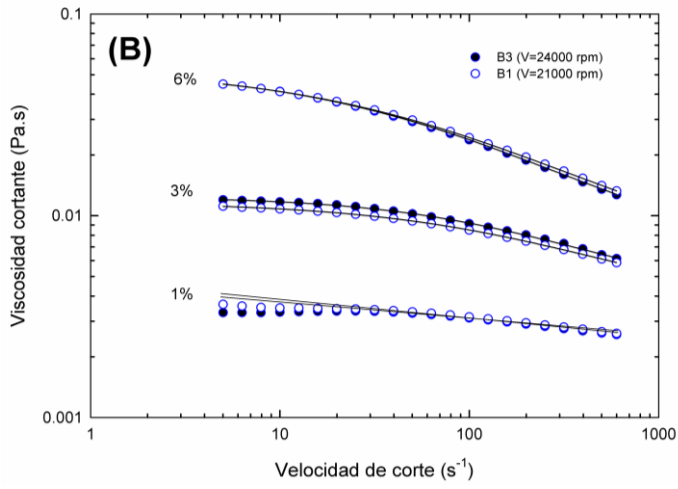
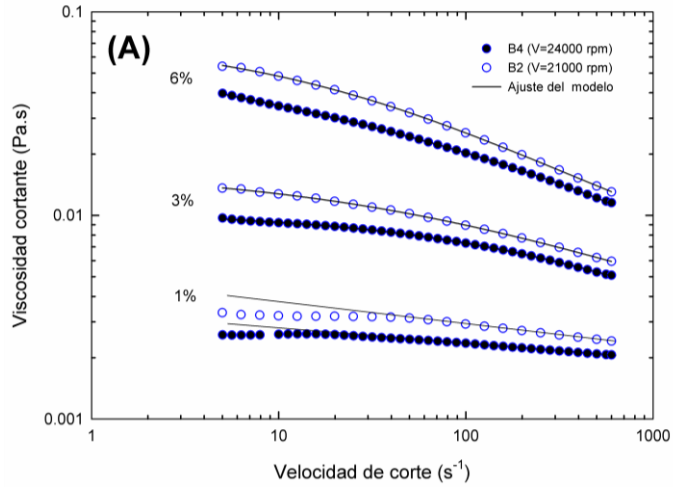
En la Figura 4.3-A (B2 y B4) se observa que a menor velocidad del atomizador la muestra presenta una mayor viscosidad, esta tendencia se repite para las muestras B6 y B8 (Figura 4.3-C), para las muestras B1 y B3 el cambio no es muy visible probablemente porque estas se trataron a temperaturas de 130 °C (Figura 4.3-B).

Los desplazamientos de las curvas de flujo son más pronunciados a bajas velocidades de deformación, mientras que para altas velocidades de deformación los desplazamientos son menores, lo que indica que la conformación estructural de las cadenas de polisacáridos en suspensión sea de manera aleatoria, formándose en algunos casos mayor estabilidad que en otros.

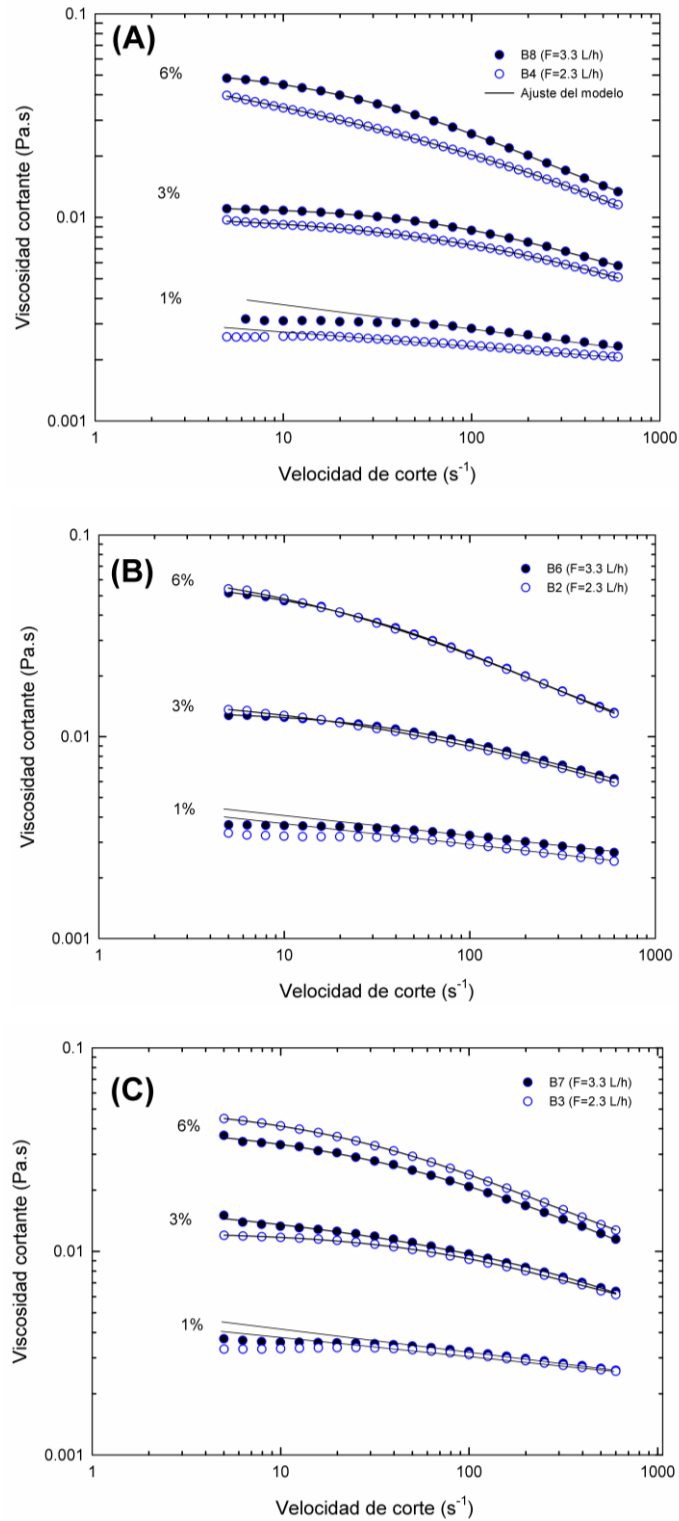
Probablemente el tamaño de partícula a altas velocidades este generando este comportamiento. La presión de aire es proporcional al giro del rotor, a mayor giro menor es el tamaño de la gota. Por que se esperaba un tamaño de partícula de menor diámetro, por lo tanto, mientras mayor sea el tamaño de la gota, más grande es la capa de agua que la cubre y más lenta será la transferencia de calor siendo éste el parámetro que realmente este afectando la estructura del polímero. Se podrían considerar, además los esfuerzos que sufre el polímero al momento de la atomización, que provocarían un efecto inverso en  $\eta$  al aumentar la velocidad del atomizador (Hill & Carrington, 2006; Walton & Mumford, 1999). Generalmente los procesos de atomización provocan velocidades de corte  $>10^5 \text{ s}^{-1}$  (Hill & Carrington, 2006).

**Efecto del flujo de alimentación.** La viscosidad de disoluciones de mucílago deshidratados por aspersión mostro una disminución conforme se disminuye el  $F_a$  (Figura 4.4).

Al igual que con la velocidad de atomización este cambio se debe principalmente al tamaño de gota generado en la atomización y al tiempo de residencia de mucílago. Esto es, a mayor flujo de alimentación, mayor es el tamaño de la gota y viceversa, por lo cual la transferencia de masa y calor se altera por el tamaño de partícula. Gotas más pequeñas (menores flujos) tienen coeficientes de transferencia de calor y masa más grandes (evaporación de agua rápida), por lo cual el sólido queda más expuesto al calor.



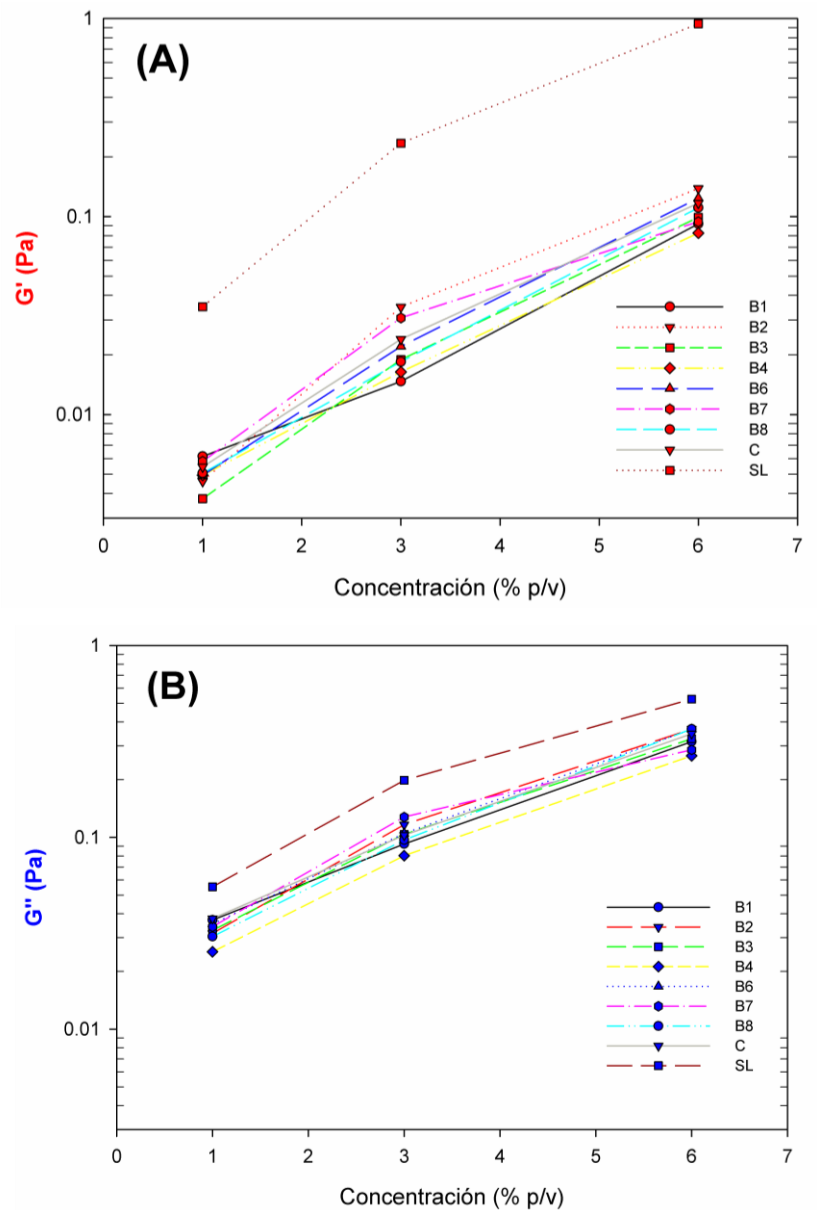
**Figura 4.3.** Efecto de la presión para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B4 y B2 (A), Muestras B3 y B1 (B), Muestras B8 y B6 (C)



**Figura 4.4.** Efecto del flujo de alimentación para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B8 y B4 (A), muestras B6 y B2 (B), Muestras B7 y B3 (C)

### 4.2.3. Efecto del secado por aspersión en la viscoelasticidad

**Efecto de la concentración en los módulos  $G'$  y  $G''$ .** La Figura 4.5 muestra la variación en el módulo de almacenamiento ( $G'$ ), y el módulo de pérdida ( $G''$ ) con la concentración de las disoluciones de mucílago para una frecuencia angular ( $\omega$ ) de 10 rad/s.



**Figura 4.5.** Efecto de concentración en las componentes viscoelásticas ( $G'$  y  $G''$ ) para un ángulo de frecuencia fijo de 10 rad/s,  $G'$  versus concentración(A),  $G''$  versus concentración (B)

Se observó una clara dependencia de ambos módulos viscoelásticos con respecto a la concentración de mucílago en disolución. El incremento en la concentración fue proporcional al aumento en la magnitud de ambos módulos. Los cuales variaron de 0.004 a 0.1 Pa para  $G'$  y de 0.025 a 0.38 Pa para  $G''$ .

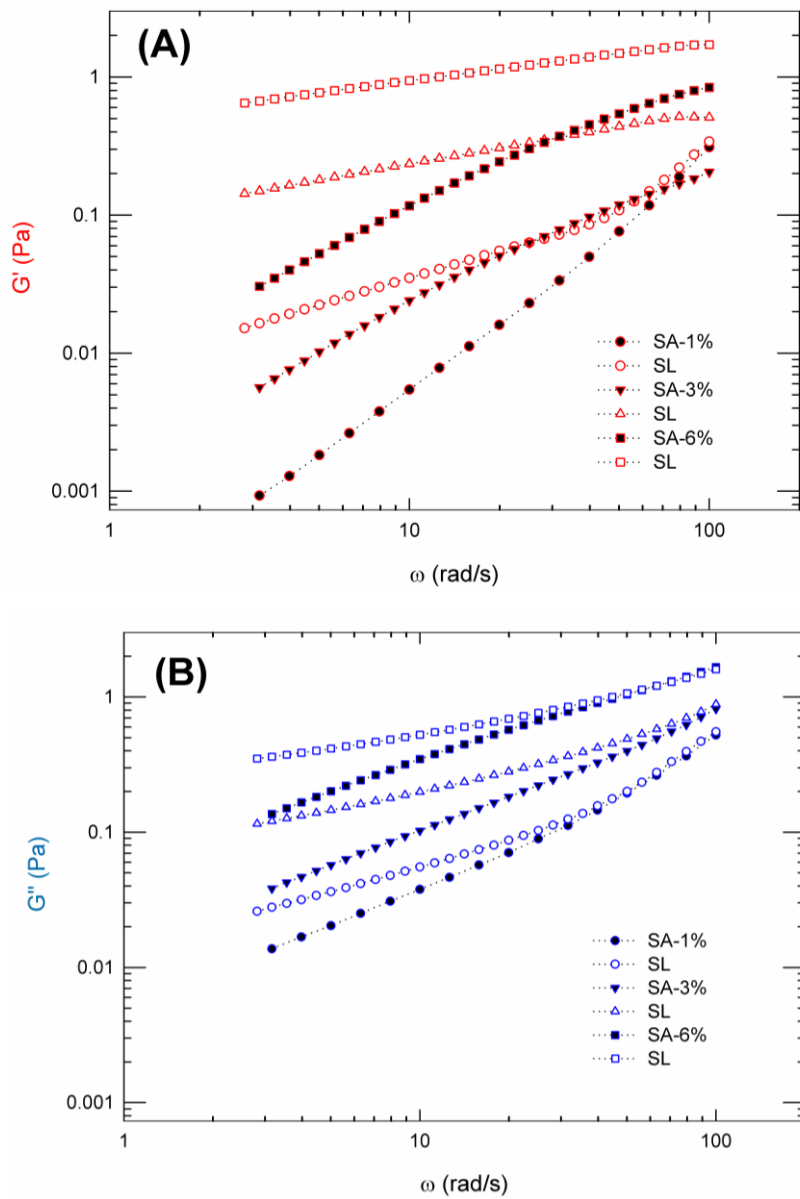
El incremento fue más pronunciado para  $G'$ , lo que representa una probable estabilización molecular para altas concentraciones (>3%). Para todas las muestras SA el orden de magnitud de sus componentes estuvo muy cercano entre de ellas, siendo B1 ( $T_e = 130^\circ\text{C}$ ) la muestra que mejor respuesta viscoelástica mantuvo para las tres concentraciones.

El módulo elástico ( $G'$ ) del mucílago deshidratado por aspersion se reduce en promedio un 87%, mientras que el módulo viscoso ( $G''$ ) lo hace en un 40 % con respecto a la muestra liofilizada, esto tomando los valores a una frecuencia angular de 10 rad/s.

Para comparar la evolución de los módulos con respecto a la frecuencia angular, en la Figura 4.6 se presenta el espectro mecánico de una muestra SA a las condiciones del punto central (C) y para la disolución de la muestra testigo (SL).

Se observa una clara dependencia de los módulos con respecto a la frecuencia, en donde los desplazamientos entre las componentes de ambos métodos de secado son más grandes a tiempos largos (bajas frecuencias) que a tiempos cortos. Para ambos métodos se observa la región viscosa/terminal a concentraciones del 1 %. En la zona de transición las propiedades viscoelásticas están dominadas por re-arreglos de segmentos moleculares, los cuales son lo suficientemente cortos para no depender tanto de entrecruzamientos con otras cadenas, como del peso molecular de dichas cadenas, sin embargo, para el SL se observa que a concentraciones superiores al 3% se produce un cruce en el cual  $G' > G''$ , conociéndose esta zona como la zona de transición, esto es un comportamiento claramente elástico, tal como lo reportado para la goma de mucílago de *Ofi* (Medina-Torres & cols., 2000).

Para las muestras de mucílago SA la zona de transición probablemente se produce a  $\omega > 600$  rad/s para concentraciones < 6 % (p/v). Se sabe que la región de oscilación particular de un polímero depende de su peso molecular y de su concentración en disolución, así como del intervalo de frecuencias usado en la medición.



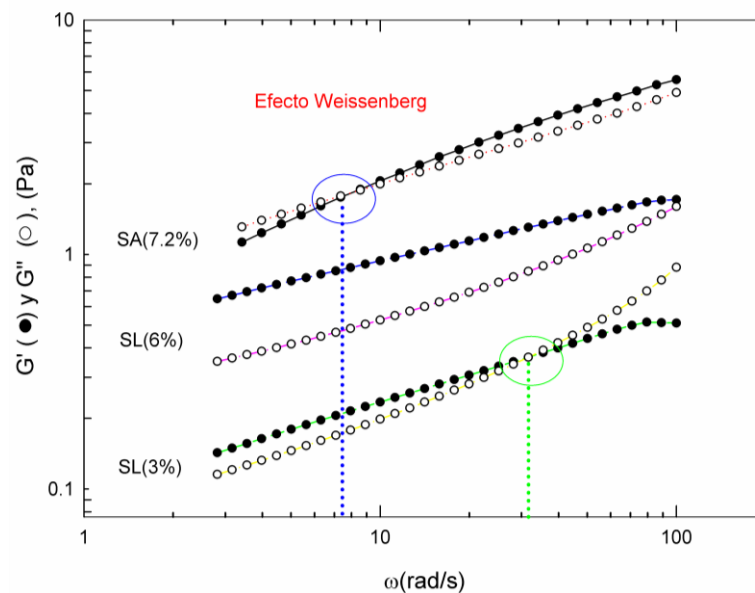
**Figura 4.6.** Espectro mecánico para C1 y SL a diferentes concentraciones % (p/v),  $G'$  versus concentración (A),  $G''$  versus concentración (B)

Por otro lado, se observa que la zona terminal corresponde más o menos a un comportamiento del tipo Maxwell, donde  $G''$  predomina a bajas frecuencias, siendo ésta proporcional a la frecuencia angular, pero conforme incrementa la frecuencia comienza a curvarse. El comportamiento de los módulos viscoelásticos es similar al encontrado en

soluciones diluidas de otros polímeros como lambda carragenina, dextrina, poli-dimetil isiloxano, etc., (Barnes, 2000; Makosko, 1994).

En este estudio el efecto Weissenberg se presentó a una concentración del 7.2 % (p/v) para mucílago SA a 150 °C (condiciones del punto central), lo que implica que con un incremento en la concentración de mucílago se produce un efecto directamente proporcional en las componentes viscoelásticas del material.

La Figura 4.7 muestra como a partir de una cierta concentración el comportamiento elástico es mayor al viscoso ( $G' > G''$ ), lo que implica una clara tendencia a formar redes macromoleculares con importantes propiedades elásticas tales como algunos materiales gelificantes (pectinas, gomas y carrageninas). Esto es un comportamiento parecido al sólido (pseudo-solid like) a altas concentraciones de mucílago en disolución, es decir, sin dejar de ser viscoso hay una independencia con respecto a la frecuencia (deformación), por la formación de una estructura más estable, este es un comportamiento parecido al presentado en geles. En esta misma Figura se pueden observar los puntos de cruce en los cuales  $G' = G''$ , los cuales corresponden a cierta frecuencia angular de cruce (tiempo dominante). Esta frecuencia muchas veces es utilizada como un criterio para la evaluación de un producto (ejemplo; pasta de dientes), en este punto se presentan cambios conformacionales.



**Figura 4.7.** Espectro mecánico para la muestra SA a 150°C que presentó el efecto Weissenberg a una concentración del 7.8 % (p/v) y para la muestra SL

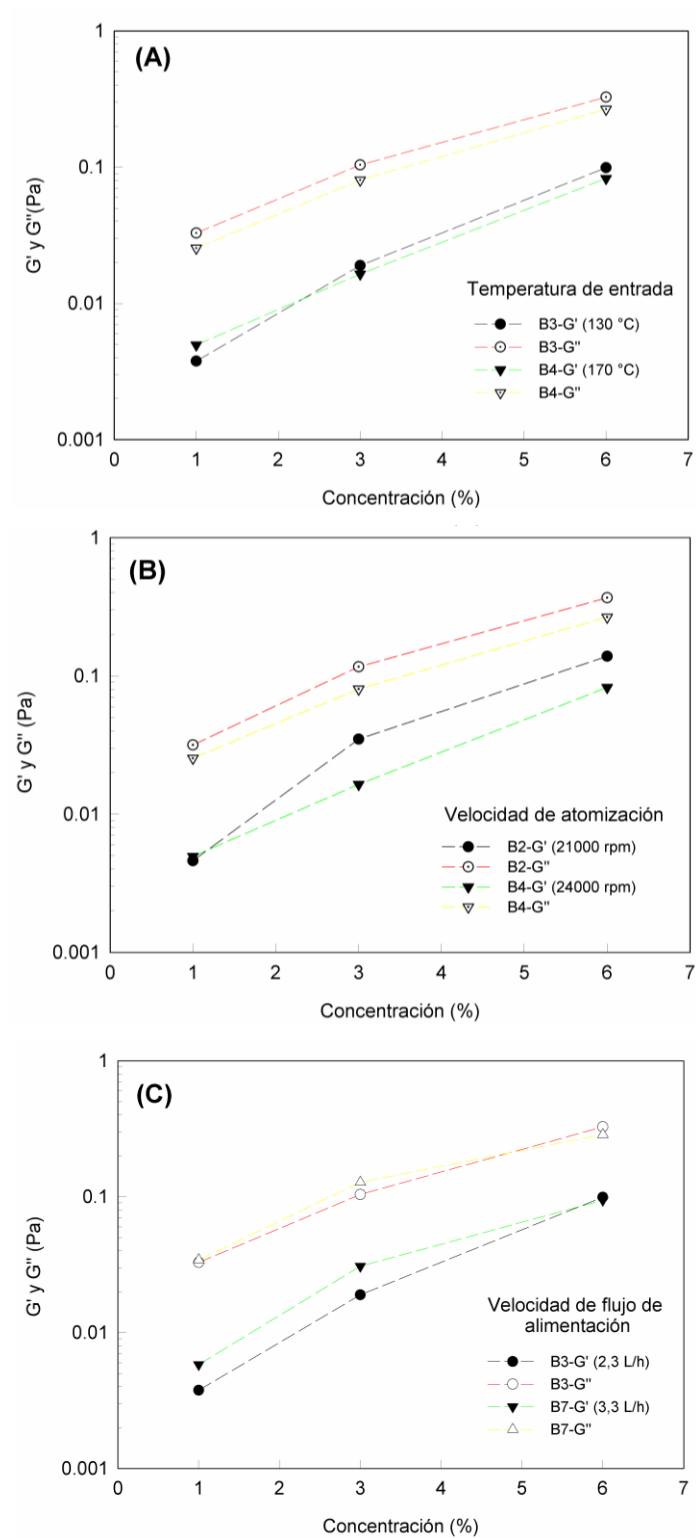


Para el mucílago SA el tiempo dominante es aproximadamente de 0.125 s a una concentración del 7.2% (p/v). Para mucílago liofilizado al 3% se encuentra a 0.05 s y en lambda carragenina al 5 % es de 0.25 s (Steffe, 1996). Por lo tanto, a pesar de que las propiedades viscoelásticas del mucílago deshidratado por aspersión se han reducido, el comportamiento de polímero viscoelástico sigue permaneciendo, recuperándose dicho comportamiento al duplicarse la concentración del mucílago en disolución, aproximadamente. La estabilización del polímero en disolución se da mediante interacciones no covalentes entre los polisacáridos, por la formación de agregados o debido a la concentración del polímero.

La recuperación del comportamiento viscoelástico del mucílago, puede explicarse debido a que mayor concentración de mucílago en la disolución, existe una mayor interacción intermolecular de las cadenas poliméricas del mucílago que genera entrecruzamientos e interacciones moleculares del tipo no-covalente como fuerzas de Van der Waals, electrostáticas, y puentes de H, provocando mayor rigidez de las cadenas del bio-polímero, por lo tanto mayor oposición al flujo. Esto es un comportamiento del tipo sólido para concentraciones > 3 % a tiempos largos (bajas frecuencias).

**Efecto de  $T_e$ ,  $V$ , y  $F_a$  en los módulos  $G'$  y  $G''$ .** Los efectos de cada factor se estudiaron gráficamente y se muestran en la Figura 4.8. La componente elástica ( $G'$ ) fue la más afectada durante el proceso de secado. Las tendencias observadas son parecidas a las encontradas en el comportamiento viscoso. La temperatura de secado influye reduciendo a  $G'$  y  $G''$  conforme se incrementa (Figura 4.8-A). Una tendencia parecida se observó para la presión, la disminución de  $G'$  y  $G''$  se da a presiones altas (Figura 4.8-B). El efecto del flujo de alimentación fue más intenso sobre la componente elástica ( $G'$ ) que en la componente viscosa ( $G''$ ), a menor velocidad de flujo menor fue la magnitud de  $G'$  (Figura 4.8-C).

Para las disoluciones de mucílago secado a las condiciones (B1 y B8) se observó un mayor impacto de las condiciones de secado sobre sus propiedades viscoelásticas. El efecto inverso de la  $T_e$  y  $V$  observado en las disoluciones reconstituidas de mucílago probablemente se deba a una hidrólisis parcial de las cadenas pectínicas del mucílago. Este fue provocado por la interacción de las altas temperaturas de secado y el pH ácido de la alimentación, que genero compuestos de menor PM y una reestructuración de las cadenas poliméricas.



**Figura 4.8.** Efecto de los factores de secado en las componentes viscoelásticas para una frecuencia angular de 10 rad/s, efecto de  $T_e$  en  $G'$  y  $G''$  (A), efecto de  $V$  en  $G'$  y  $G''$  (B), efecto de  $F_a$  en  $G'$  y  $G''$  (C)

### 4.3. Efecto de las condiciones de secado en las propiedades fisicoquímicas de los polvos

El análisis estadístico mostro efectos significativos para un  $\alpha=0.05$ , de la velocidad de flujo de alimentación y de la temperatura del aire de secado en la entrada con el rendimiento, contenido de humedad y temperatura de aire a la salida (Anexo A). La velocidad del atomizador afecta significativamente al rendimiento y al contenido de humedad, no así a la temperatura de aire en la salida de la cámara de secado.

#### 4.3.1. Efecto en el rendimiento

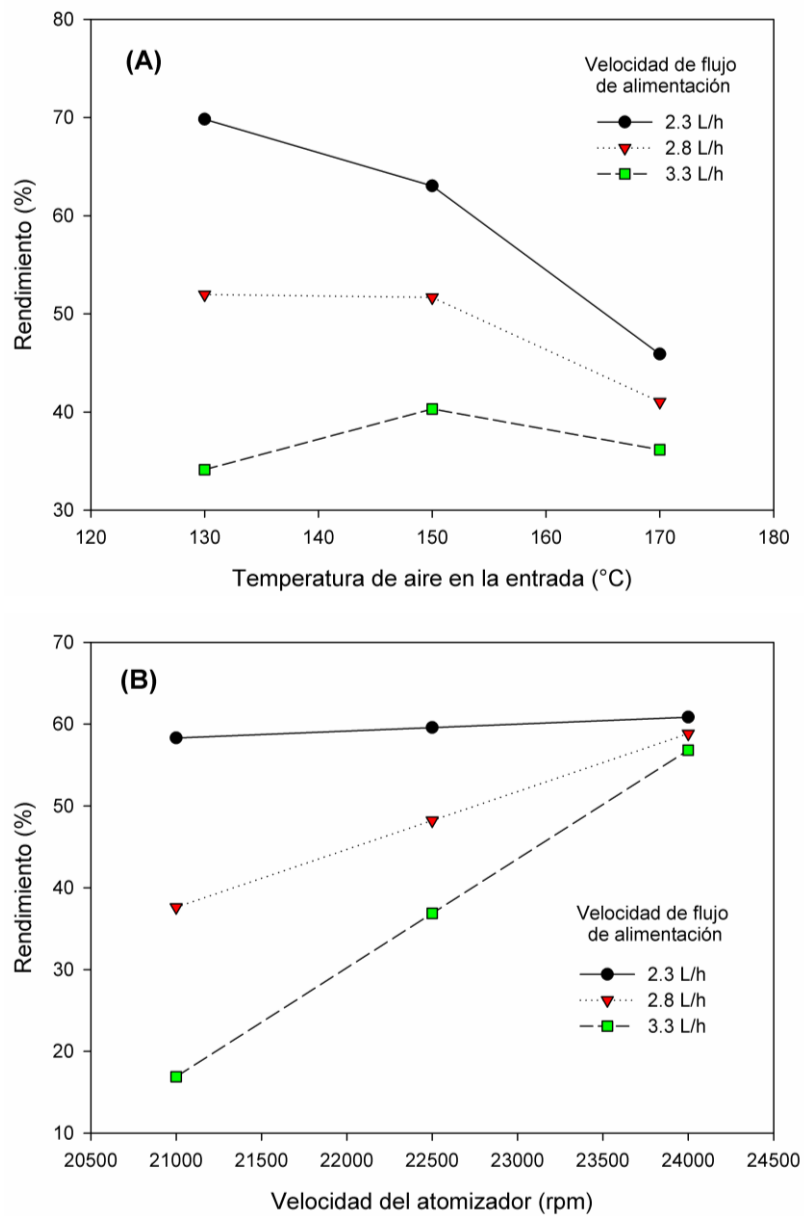
Las medias con su respectiva desviación estándar de los valores de rendimiento, contenido de humedad, densidad aparente y temperatura del aire a la salida se presentan en la Tabla 4.5.

**Tabla 4.5.** Rendimiento, contenido de humedad, densidad aparente y temperatura de aire a la salida del secador

Tratamiento	y (%)	Contenido de humedad (%bs)	Densidad aparente (g/mL)	T <sub>s</sub> (°C)
B1	70.74 ± 1.68	9.32 ± 1.19	0.769 ± 0.014	74.33 ± 2.08
B2	42.44 ± 4.36	4.42 ± 0.77	0.660 ± 0.024	92.67 ± 0.58
B3	68.88 ± 1.52	8.41 ± 0.64	0.641 ± 0.022	70.00 ± 1.00
B4	49.36 ± 6.51	4.50 ± 0.43	0.719 ± 0.012	91.00 ± 1.00
B5	0.77 ± 0.12	24.81 ± 1.20	*N/D	53.00 ± 1.73
B6	29.60 ± 5.75	8.01 ± 0.26	0.679 ± 0.010	74.33 ± 1.15
B7	67.47 ± 2.74	10.79 ± 0.68	0.623 ± 0.006	63.33 ± 0.58
B8	42.72 ± 1.73	8.78 ± 0.52	0.593 ± 0.033	67.67 ± 0.58
C1	54.88 ± 3.14	8.67 ± 0.13	0.570 ± 0.003	72.00 ± 1.00
C2	51.10 ± 6.81	9.24 ± 0.55	0.624 ± 0.008	72.33 ± 0.58
C3	49.22 ± 1.25	8.08 ± 0.79	0.614 ± 0.015	71.67 ± 0.58

\*Dato no disponible

En la Figura 4.9 se muestra el efecto que tuvieron la  $T_e$ ,  $V$ , y  $F_a$  sobre el rendimiento de polvos, los valores graficados son las medias. El incremento de  $T_e$  y/o  $F_a$  reducen el rendimiento.



**Figura 4.9.** Efecto de los factores de secado en el rendimiento de polvos (%), efecto de  $T_e$  y  $F_a$   
(A), Efecto de  $V$  y  $F_a$  (B)

Estos comportamientos están de acuerdo con los publicados por Chegini & Ghobadian (2000), quienes trabajaron con jugo de naranja deshidratado por aspersion. Sin embargo, el caso de  $T_e$  contradice algunos resultados obtenidos por otros autores quienes reportan un efecto positivo de  $T_e$  sobre el rendimiento (Cai & Corke, 2000; Goula & cols., 2005; Tonon & cols., 2008). Usualmente, temperaturas de aire de secado más altas resultan en un rápido secado (mejor transferencia de masa y calor), causando alta productividad de polvos.

El efecto inverso de la temperatura de secado sobre el rendimiento puede ser explicado de debido a que frecuentemente, el incremento de  $T_e$  causa la fusión de los polvos y la cohesión de los mismos en pared de la cámara de secado, así pues la cantidad de polvos y el rendimientos son reducidos. Adicionalmente, las altas temperaturas de secado pueden estar afectando el estado del polímero de mucílago (vítreo o gomoso), lo cual produce problemas de pegajosidad. Por otro lado, el efecto negativo de  $F_a$  sobre el rendimiento puede atribuirse a que para altas velocidades de flujo de alimentación existe una menor transferencia de calor y masa (Tonon & cols., 2008).

Factores no controlados durante la experimentación pueden estar causando los valores de desviación estándar observados en el rendimiento (Tabla 4.5), algunos de estos son; la humedad relativa del aire en la entrada, la temperatura del aire en la atomización, las fluctuaciones de en la presión del aire comprimido y velocidad de flujo de gas de secado, parámetros en la alimentación (temperatura y el grado de aeración).

La  $V$  mantuvo un efecto positivo con respecto al rendimiento de polvos, este efecto es más notorio a altas velocidades de  $F_a$ , probablemente al efecto compartido de ambas en el tamaño de las gotas en la atomización y a su respectiva transferencia de calor y masa.

Las condiciones de secado usadas en B5 ( $T_e=130$  °C,  $F_a=3.3$  L/h, y  $V=21000$  rpm) dieron un rendimiento  $<1$  %, los cuales son los más bajos dentro de todo el diseño experimental. Esto se debió a que la baja  $V$  y alto  $F_a$  produjeron gotas de gran tamaño que aunadas a la baja temperatura de secado no alcanzaron a secarse, existiendo entonces una pobre transferencia de calor y masa entre el rocío y el aire de secado, lo que genero adherencia y escurrimiento del mucílago sobre la pared de la cámara de secado (Figura 4.10).



**Figura 4.10.** Problemas de escurrimiento de mucílago sobre la pared de la cámara de secado

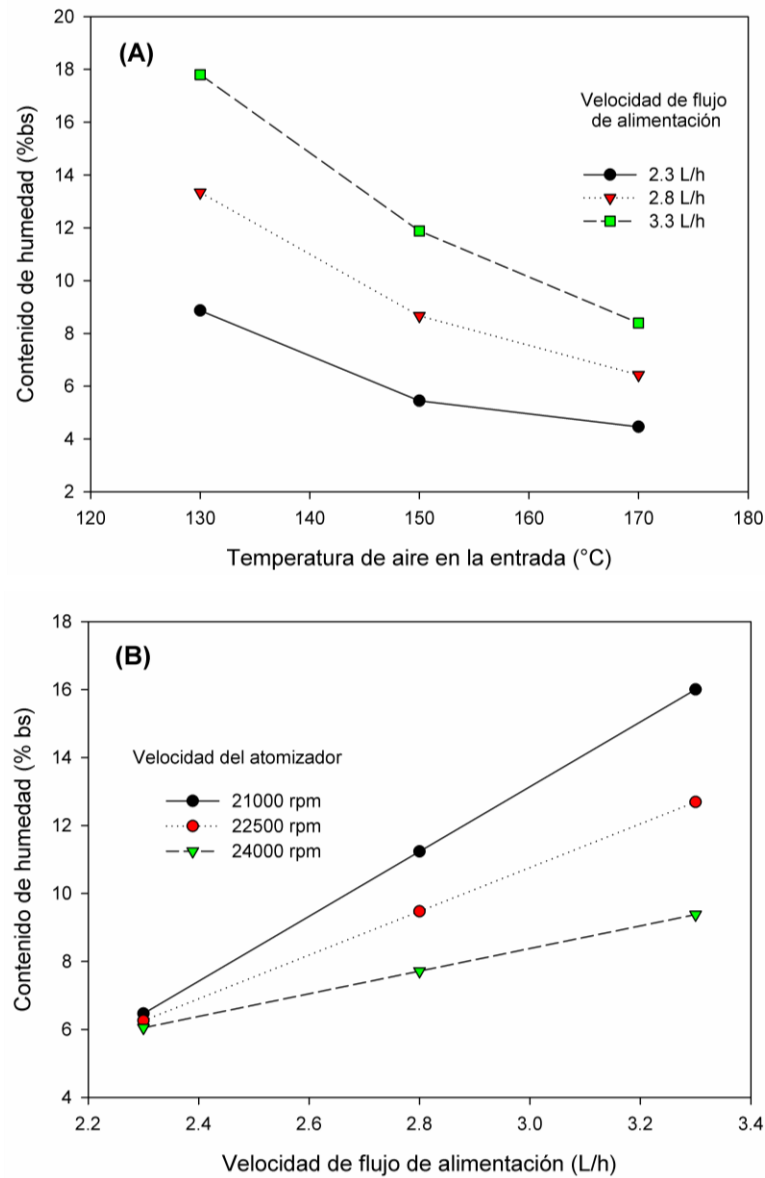
### **4.3.2. Efecto en el contenido de humedad**

El contenido de humedad de los polvos de mucílago varió de 4.41 a 10.79 % bs, con excepción del polvo obtenido a las condiciones de B5. El contenido de humedad incrementa con el incremento del  $F_a$  y decrece con un incremento de  $T_e$  y/o  $V$  (Figura 4.11-A).

Estos comportamientos ya han sido observados por otros autores en otros materiales secados por aspersión tales como: polvos de açai (fruta del amazonas) (Tonon & cols., 2008), polvos de pulpa de tomate (Goula & cols., 2005), extractos de betacianinas de *Amaranthus* (Cai & Corke, 2000).

A temperaturas de secado más altas, existe un gradiente de temperatura mayor entre el rocío y el aire de secado, lo que resulta en una gran fuerza para la evaporación de agua, produciendo polvos con contenidos de humedad más bajos (Tonon & cols., 2008). Por otro lado,  $F_a$  más altos reducen el tiempo de contacto entre las gotas y el aire de secado, causando una menor eficiencia en la transferencia de calor y resultando en una baja evaporación de agua, en consecuencia altos contenidos de humedad en los polvos (Emy-Kurozawa & cols., 2009). Los efectos producidos por la  $V$  y  $F_a$  sobre el contenido de humedad se deben al tamaño de gotas generados, ya que  $F_a$  más altas producen gotas más grandes, mientras que  $V$

más altas disminuyen el tamaño de las gotas, por lo tanto la transferencia de masa y energía son afectadas.



**Figura 4.11** Efecto de los factores de secado sobre el contenido de humedad residual de los polvos, efecto de  $T_e$  y  $F_a$  (A), efecto de  $F_a$  y  $V$  (B)

### 4.3.3. Efecto en la temperatura del aire a la salida del secador

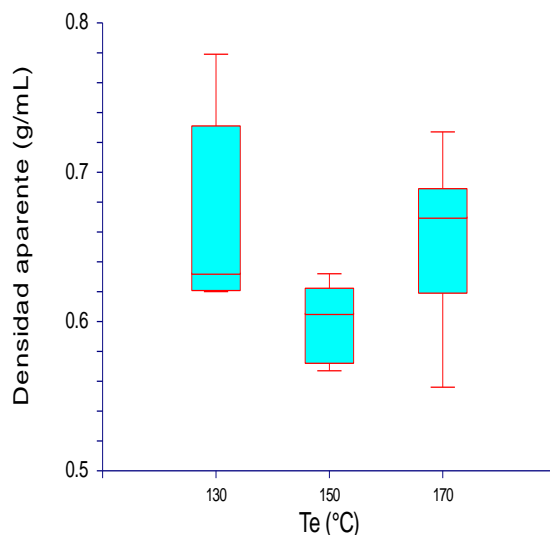
Generalmente, en sistemas de secado por aspersión, la temperatura de aire a la salida de la cámara de secado controla el contenido de humedad residual de los polvos, este

comportamiento puede ser analizado en la Tabla 4.5. El rango  $T_s$  que se registró en este trabajo fue de 53 a 92 °C. Ambos, altas temperaturas de secado y/o bajas velocidades del flujo de alimentación provocan altas temperaturas del aire en la salida (Figura 4.11-B).

#### 4.3.4. Efecto en la densidad aparente

El comportamiento de la densidad aparente con respecto a los factores de secado fue estudiado mediante el análisis de los datos presentados en la Tabla 4.1, así como el estudio de las medias y su distribución mediante gráficas de cajas, esto debido a que el ANOVA no pudo ser realizado por la falta del dato de densidad para B5.

La Figura 4.12 muestra la distribución de los datos de densidad aparente contra la temperatura de secado ( $T_e$ ), en donde la densidad aparente vario de 0.570 a 0.769 g /mL. La alta distribución de los datos en la temperatura máxima y mínima se debe a que no se aislaron los efectos de las otras variables en la densidad aparente.



**Figura 4.12.** Gráfico de cajas para la densidad aparente en función de la  $T_e$

Se observa que las muestras secadas a altas temperaturas tienden a tener menor densidad aparente, que las muestras secadas a bajas temperaturas. Este comportamiento concuerda con resultados reportados por Cai & Corke (2000) en polvos de pigmentos de betacianinas, Chegini & Ghobadian (2007) y Souza & cols. (2009) ambos en polvos de tomate. Este



comportamiento es debido a que altas temperaturas de secado provocan la generación de partículas porosas o huecas (infladas), estas se forman por las altas velocidades de secado que provocan la formación de burbujas de vapor de agua dentro de la superficie del sólido que lo expanden dejando espacios ocupados por aire (Walton & Mumford, 1999). El efecto de la densidad también se relaciona con el contenido de humedad de los polvos, ya que a altas velocidades de flujo de alimentación y bajas temperaturas se propicia el tener mayor peso por la presencia de agua, con lo cual las partículas son más densas a estas condiciones (Chegini & Ghobadian, 2007). Un efecto negativo se observó para  $V$  sobre la densidad aparente, esta decrece con el incremento de la velocidad de atomización, esto se debe al tamaño de partículas generadas y el contenido de humedad de las muestras (Walton & Mumford, 1999). Generalmente los atomizadores rotatorios producen partículas de mayor tamaño comparados con atomizadores de boquilla neumática, o atomizadores de doble fluido.

La densidad aparente de algunos materiales generalmente se incrementa con un aumento en la concentración de la alimentación, mientras que, un incremento en la temperatura de secado, presión de atomización, o temperatura de alimentación producen un decremento de densidad. Factores como la velocidad de flujo de alimentación, la temperatura del polvo, el contenido de humedad residual, el tamaño de partícula, la DTP y la forma de partícula (morfología) tienen efectos sobre la densidad aparente (Walton & Mumford, 1999).

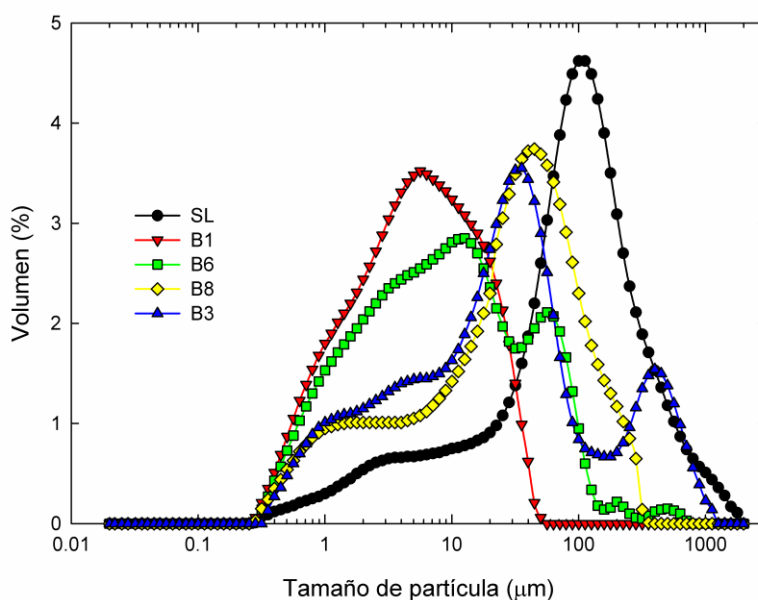
#### **4.4. Caracterización de los polvos**

##### **4.4.1. Distribución de tamaño de partícula de los polvos de mucílago**

La mayoría de las muestras reconstituidas mostraron una distribución multimodal, con alta polidispersidad, con un rango de tamaño de partícula que va desde 1-1000  $\mu\text{m}$  (Figura 4.13) con tendencia a sedimentación de las partículas de gran tamaño, probablemente debido a materiales celulósicos derivados del método de extracción ó por el comienzo del proceso de aglomeración, donde la formación de puentes de enlaces irreversibles conlleva a la producción de partículas de gran tamaño (Hill & Carrington, 2006).

En general, los polvos de mucílago reconstituido mantuvieron un diámetro medio ( $D_{[0.5]}$ ) inferior a 100  $\mu\text{m}$ , y las muestras con menor tamaño de partícula tuvieron altas áreas de superficie específica (Tabla 4.6). Esto concuerda con lo reportado para atomizadores

rotatorios, con un  $D_{[0.5]}$  con un rango de 1 a 150  $\mu\text{m}$  (Masters, 1991). Los resultados indican que las muestras con menor área de superficie específica (ASE) tenían una menor viscosidad aparente que sus contrapartes con mayor ASE, tal como se observó en las curvas de cizalla simple. Recientemente, la manipulación de la distribución de tamaño de partícula (PSD por sus siglas en inglés) se ha utilizado para optimizar las propiedades reológicas de lechadas de hulla, concreto, pinturas, y polímeros de relleno y cerámicos (Servais & cols., 2002). También el tamaño de partícula de los polvos reconstituidos SA tienen partículas más pequeñas ( $<100 \mu\text{m}$ , con excepción de B4 y B7) en comparación con la muestra SL, una tendencia similar fue encontrada por Resch & cols. (2004), para muestras de agentes espesantes de proteína de suero.



**Figura 4.13** Distribución de tamaño de partícula de los polvos producidos por SA y del polvo SL, todos a una concentración del 6% (p/v)

La alta polidispersidad presentada por el análisis de DTP indica una clara tendencia de formación de aglomerados durante el SA, esta morfología será expuesta mas adelante con los resultados del microscopio electrónico de barrido (MEB).

La polidispersidad presente en las muestras SA provoca inestabilidad en las disoluciones reconstituidas, generando menores viscosidades de las disoluciones de mucílago. Se conoce

que este tipo de sistemas tienden a presentar efectos de pseudo-lubricación, donde las partículas de menor tamaño actúan como el lubricante entre las partículas muy grandes (Walton & Mumford, 1999). Se observa que la mejor DTP la tuvo la muestra SA a las condiciones de B1, un comportamiento totalmente modal, lo que influye positivamente en su respuesta reológica.

La velocidad del atomizador provocó un cambio en el ASE, a menor V mayor ASE presentaron las muestras y viceversa a V menor ASE tuvieron las muestras SA, que se relaciona el tamaño de partícula generado, el cual es inversamente proporcional a la velocidad del atomizador (Masters, 1991). El mayor efecto combinado en la ASE se dio con la V y la  $T_e$ . El tamaño de partícula, su distribución, la fracción volumétrica de los sólidos presentes y la morfología de las partículas tienen efecto en las propiedades reológicas (Hill & Carrington, 2006; Servais & cols., 2002; Walton & Mumford, 1999), reflejándose primordialmente en la viscosidad. Se conoce que los atomizadores rotatorios generalmente producen partículas grandes comparadas con atomizadores de boquilla, con atomizadores de doble fluido, los cuales producen tamaños de partícula más finos. Generalmente un incremento en la DTP de modal a bimodal produce una reducción en la viscosidad, esta reducción no es proporcional a tipo de DTP, los cambios más notables se tornan de una modal a una bimodal y trimodal (Hill & Carrington, 2006). Por lo general el incremento de la  $T_e$  resulta en la formación de grandes partículas, las cuales se relacionan al alto hinchamiento causado por las altas temperaturas (Walton & Mumford, 1999).

El diámetro medio del volumen equivalente  $D_{[4,3]}$  o también denominado media de “De Broucker”. Esto es lo mismo que la medida del peso equivalente si la densidad es constante. Se mantuvo por debajo de 200  $\mu\text{m}$  para las muestras SA, sin embargo para B2 y B4 este diámetro fue mayor, lo que probablemente se deba al efecto de la temperatura de secado, ambas a 170°C. Tonon & cols. (2008) encontraron una tendencia similar para polvos de açai (*Euterpe oleraceae* Mart.). Como se observó en el caso de la densidad aparente el incremento de la  $T_e$  resulta en más altas velocidades de secado, lo cual genera partículas infladas por el efecto del vapor de agua dentro del sólido, estas partículas son más grandes que las generadas a bajas temperaturas, por lo tanto sus aglomerados serán de mayor tamaño, reflejándose la DTP.

**Tabla 4.6.** Parámetros de distribución de tamaño de partícula para disoluciones de mucílago al 6 % (p/v)

Tratamiento	ASE (m <sup>2</sup> /g)	D <sub>[0.5]</sub> (μm)	D <sub>[4,3]</sub> (μm)
B1	2.17	5.833	9.702
B2	0.207	637.507	670.255
B3	1.14	26.445	98.228
B4	0.615	155.696	323.588
B5	N/D*	N/D*	N/D*
B6	1.8	9.025	28.126
B7	0.627	111.311	176.53
B8	1.13	34.358	58.403
C1	1.31	23.557	186.757
C2	1.34	19.885	124.976
C3	0.817	43.778	189.439
SL	0.475	97.82	167.896

\*Dato no disponible

#### 4.4.2. Temperatura de transición vítrea

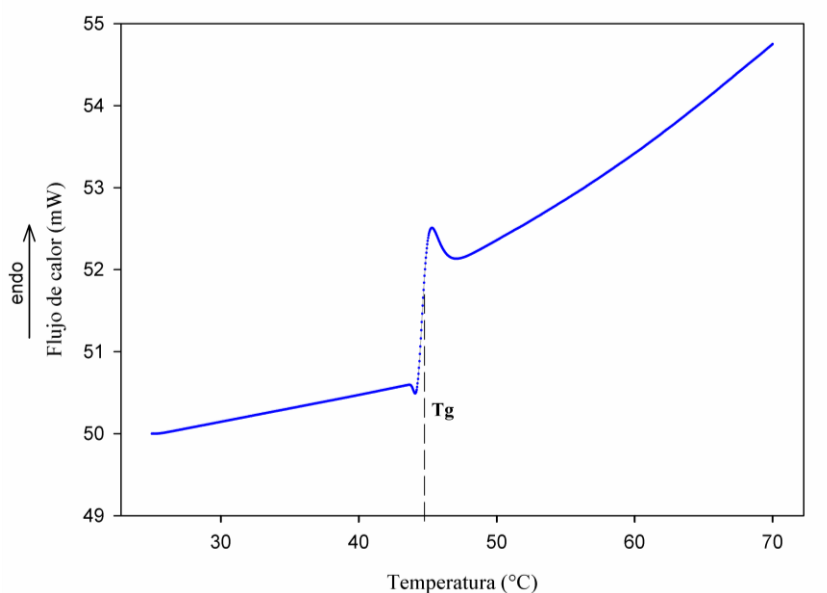
El polvo de mucílago SA a las condiciones del punto central fue sometido a un barrido calorimétrico, su termograma se presenta en la Figura 4.14. Se observó un evento a los 45°C que corresponde a la T<sub>g</sub> del material esto con un contenido de humedad del 7.2 % bs. El valor de T<sub>g</sub> determinado indica un estado vítreo del polímero a temperatura ambiente (22 a 28 °C), mientras que por encima de la T<sub>g</sub> exhibe un comportamiento gomoso que afecta a sus propiedades mecánicas y a las características dependientes de la difusión molecular, las cuales determinan la estabilidad y las propiedades de transporte del mucílago deshidratado.

El valor de T<sub>g</sub> determinado fue similar al reportado para otros materiales, tales como soluciones de maltodextrinas (10 a 25 DE) donde la T<sub>g</sub> va de 45.4 a 54.7°C dependiendo del

contenido de humedad, poli(hexametileno adipamida) con una  $T_g$  de 46.6 a 56.8 °C, poli(butileno tereftalato) con una  $T_g$  de 29.8 a 59.8 °C.

El peso molecular del polímero de mucílago podría explicar el alto valor de  $T_g$  obtenido, para mucílago sin tratamiento térmico el PM varía de  $2 \times 10^4$  a  $3 \times 10^6$  g/mol. La  $T_g$  está relacionada con la geometría y rigidez de las cadenas del polímero, esta incrementa cuando la densidad de enlaces transversales lo hace. La  $T_g$  está estrechamente influenciada por el PM y el contenido de humedad del polímero.

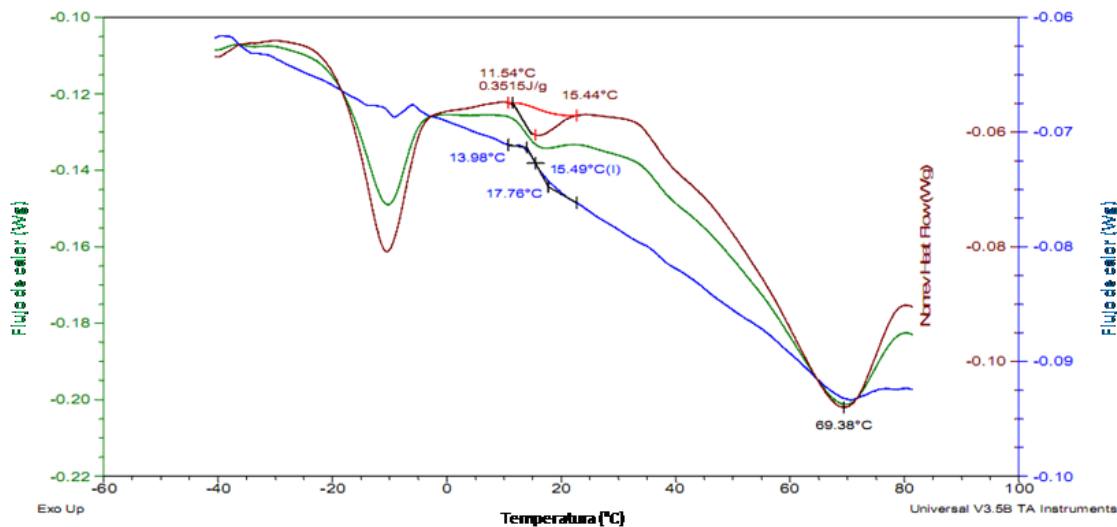
El valor de  $T_g$  obtenido en mucílago en polvo SA, fue algo menor al calculado con los parámetros reportados para la ecuación de Gordon y Taylor (1952) para mucílago de *Ofi* (Abrajám-Villaseñor, 2008), el cual fue de 70 °C a un contenido de humedad del 5 % bs.



**Figura 4.14.** Termograma de mucílago de *Ofi* deshidratado por aspersión ( $X_{bs}= 7.2\%$ )

La reducción de  $T_g$  probablemente se deba a un cambio en el PM del polímero de mucílago causado por el SA, así como a un reacomodo de las cadenas del polímero que permiten una mayor movilidad de las cadenas. Estos resultados, sustentan la teoría de hidrólisis parcial de la molécula de mucílago, que fue provocada durante el proceso de

secado y que genero el efecto inverso sobre las propiedades reológicas de las disoluciones reconstituidas de mucilago.



**Figura 4.15.** Termograma para la goma de mucilago de *Ofi*

En la Figura 4.15 se presenta el termograma obtenido para mucilago puro, se observan dos eventos, el primero alrededor de los 15 °C y el segundo a 70 °C, probablemente la segunda  $T_g$  corresponda a la respuesta del material.

La interacción entre los factores de secado, principalmente por la temperatura del aire de secado y del tamaño de gota controlado por  $V$  y  $F_a$ , provocaron un complejo fenómeno de transferencia de calor y masa, que en algunos casos resultó en polvos de menor viscoelasticidad, y en los peores de los casos mínimos rendimientos (B5).

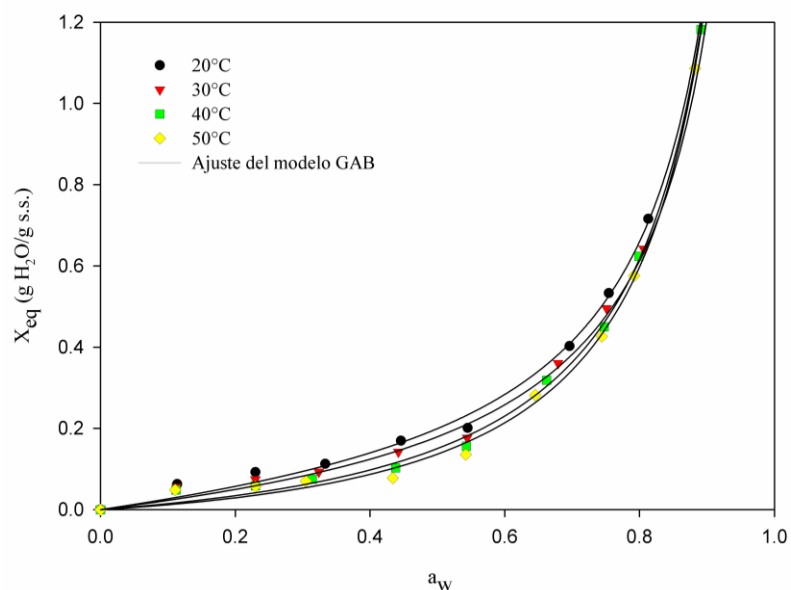
En general, para  $T_e \geq 170$  °C se obtuvieron menores rendimientos de polvos con propiedades reológicas menos deseables. Un complejo proceso de transferencia de calor y masa se lleva a cabo durante el proceso de SA, el cual al principio es controlado por un periodo de velocidad constante (evaporación) y que después es remplazado por un período de velocidad decreciente (difusión), este proceso es casi instantáneo (1-3 s) y la mayor parte del agua es evaporada en la parte superior de la cámara de secado, por lo cual, se podría pensar que el mayor impacto térmico se dé durante el transporte de la partícula de mucilago ( $X_{bs} < 10$

%) hasta su recolección en el ciclón del secador. Tanto el tiempo de residencia como la temperatura de aire a la salida ( $T_s$ ) son las variables de secado más importantes en este momento.

Se observó que cuando  $T_s$  fue  $> 70$  °C los rendimientos fueron menores y la respuesta mecánica al flujo de las disoluciones reconstituidas también lo fueron en comparación con polvos obtenidos a  $T_s < 70$  °C (ver Tabla 4.5). Esto indicaría que para  $T_s$  muy cercanas o mayores a la  $T_g$  del mucílago en el momento del transporte como partícula seca, se produce un pseudo-transición termodinámica del mucílago pasando de un estado vítreo a un gomoso que produce problemas de pegajosidad en la pared de la cámara de secado y por lo tanto menores rendimientos. En este momento existe mayor movilidad de las cadenas del polímero amorfo y se puede inducir una reestructuración que dependerá de las condiciones de secado.

#### 4.4.3. Comportamiento de adsorción de agua

La conformación de la estructura de mucílago generado por el proceso de SA puede explicar el comportamiento de adsorción de agua y está muy relacionado con su  $T_g$ . Los resultados experimentales de  $X_{eq}$  para cada nivel de  $a_w$ , a las cuatro temperaturas de trabajo se muestran en la Figura 4.16.



**Figura 4.16.** Isotermas de adsorción de agua para mucílago en polvo SA

En general, todas las isothermas mostraron baja interacción entre el adsorbato (vapor de agua) y el adsorbente (mucílago en polvo), característica de la isoterma tipo III, comúnmente presentadas en materiales no porosos o microporosos. Este tipo de isothermas han sido observadas para alimentos con alto contenido de azúcares (Yañez-Fernández & cols., 2006).

A bajas  $a_w$ , el agua puede ser adsorbida solo en los sitios polares del carbohidrato; a altas  $a_w$  ( $>0.7$ ), ocurre un proceso de disolución de los carbohidratos (Ayranci & cols., 1990).

La temperatura ejerció una clara influencia en las isothermas de adsorción sobre el rango de  $a_w$  estudiada. La  $X_{eq}$  incrementa con el decremento de la temperatura para una  $a_w$  constante; esto es una relación inversa de  $X_{eq}$  con respecto a la temperatura. Similares resultados para plantas, frutos y materiales alimenticios han sido reportados en la literatura (Lahsani & cols., 2003; Lahsani & cols., 2003).

Los parámetros de GAB y BET, así como el área de superficie del sólido (ASS) se presentan en la Tabla 4.7.

**Tabla 4.7.** Parámetros de BET y GAB para mucílago SA

Parámetros de BET					
T (°C)	$X_m$ (g H <sub>2</sub> O/g s.s.)	C	$R^2$		
20	0.6072	0.4656	0.9972		
30	0.4614	0.5291	0.9975		
40	0.2257	0.7934	0.9970		
50	0.1347	1.0444	0.9957		
Parámetros de GAB					
T (°C)	$X_m$ (g H <sub>2</sub> O/g s.s.)	C	K	ASS (m <sup>2</sup> /g s.s.)	$R^2$
20	0.4021	0.6271	0.9838	142.07498	0.9980
30	0.2638	0.7842	0.9899	93.21018133	0.9981
40	0.0925	1.4208	0.9742	32.680701	0.9979
50	0.0595	1.7533	0.9782	21.00871947	0.9960

Los valores de  $X_m$  para el modelo de BET fueron mayores que para los de GAB, esto fue causado por problemas de sobrestimación del parámetro en el modelo de BET.  $X_m$  decrece

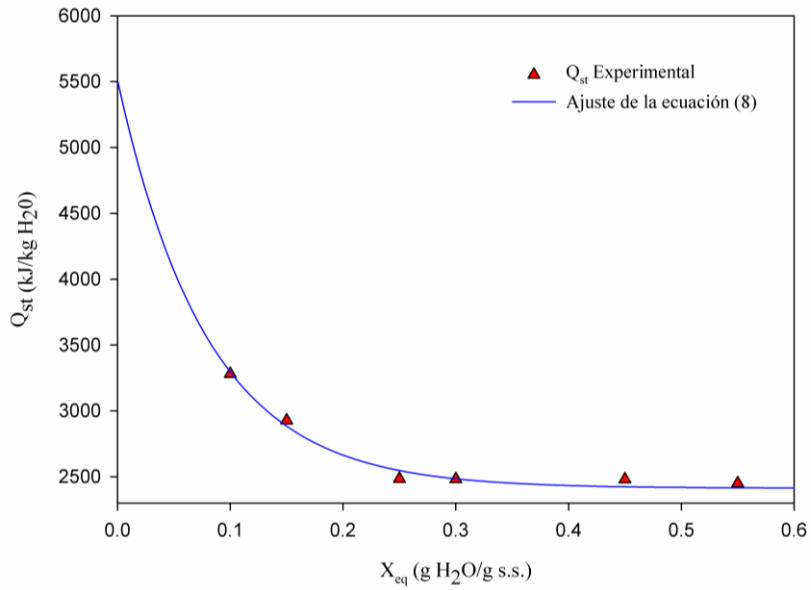


con el incremento de la temperatura, este comportamiento podría deberse a una reducción en el número total de sitios activos para el enlace con el vapor de agua, como resultado de cambios físicos o químicos inducidos por la temperatura (Quirijns & cols., 2005). Por otro lado, la constante de Guggenheim  $C$  incrementa gradualmente con la temperatura, mientras que  $K$  decrece ligeramente, lo que concuerda con los resultados de Cadden (1988) para celulosa microcristalina y goma guar. Los bajos valores de  $C$  ( $<2$ ) y los altos valores de  $K$  ( $>0.9$ ) pueden significar que la mono y multicapa no difieren en mucho y que las moléculas de agua de la multicapa tienen un parecido a las del agua líquida pura a la misma temperatura (Quirijns & cols., 2005).

Los valores ASS decrecen con el incremento en la temperatura, esto significa que los sitios activos en la monocapa son menores a altas temperaturas. Cadden (1988) reporta valores a 25 °C un poco mayores para el caso de celulosa microcristalina ( $PM = 10^6$  g/mol) y goma guar ( $PM = 2.2 \times 10^5$  g/mol) de 127 m<sup>2</sup>/g y 314 m<sup>2</sup>/g, respectivamente. Probablemente se debe al PM de ambos, ya que este es mayor que el reportado para mucílago de  $2.3 \times 10^4$  g/mol (Medina-Torres & cols., 2000).

El calor isostérico total de adsorción de agua ( $Q_{st}$ ) para mucílago en polvo SA se presenta como función del contenido de humedad en la Figura 4.17.

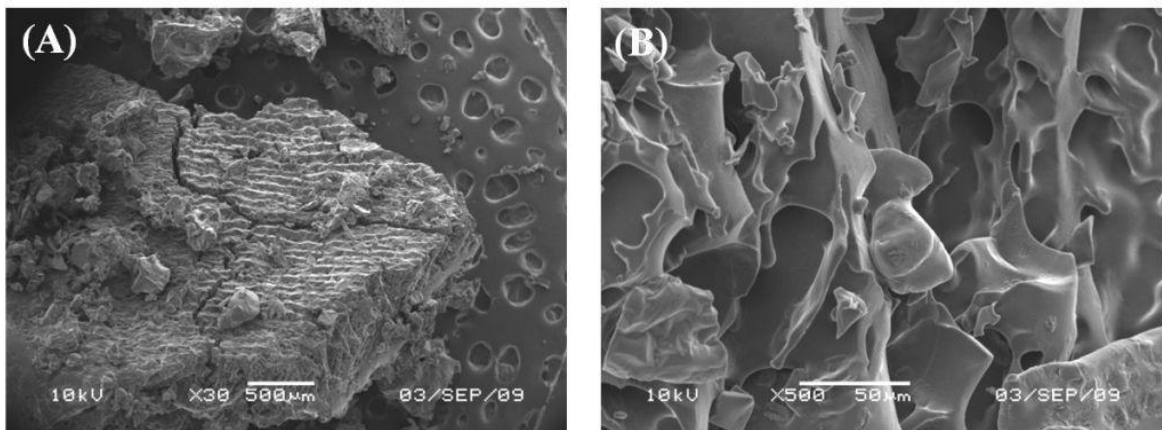
$Q_{st}$  fue ajustado apropiadamente a una función exponencial (ecuación 17), donde  $C$  tuvo un valor de 3095.7 kJ/kg de agua y  $b$  de 12.6 con  $r^2 > 0.98$ . A bajos contenidos de humedad ( $< 0.2$  g de agua/g s.s.) el valor de  $Q_{st}$  fue muy alto, y este valor asciende rápidamente de 2650 a 5500 kJ/kg de agua. Esto es un indicativo de las fuerzas de atracción intermoleculares entre los sitios de adsorción y el vapor de agua. A contenidos de humedad en la región de la monocapa, el agua está estrechamente enlazada al material, correspondiendo con altas interacciones de energía. Al incrementarse el contenido de humedad, la mayoría de los sitios activos llegan a ser ocupados y la sorción se lleva a cabo en menores sitios activos, generando bajos calores de sorción (Quirijns & cols., 2005). El  $X_{eq}$  a la cual el calor de sorción se aproxima a al calor de vaporización del agua pura fue a valores más grandes que 0.6 g de agua/g s.s. Indicando entonces que la multicapa en este rango se estabiliza mediante interacciones moleculares del agua presente.



**Figura 4.17.** Calor isostérico total de adsorción de agua en función de  $X_{eq}$

#### 4.4.4. Morfología de partícula

Las micrografías a diferentes ampliaciones para mucílago SL se presentan en la Figura 4.18.

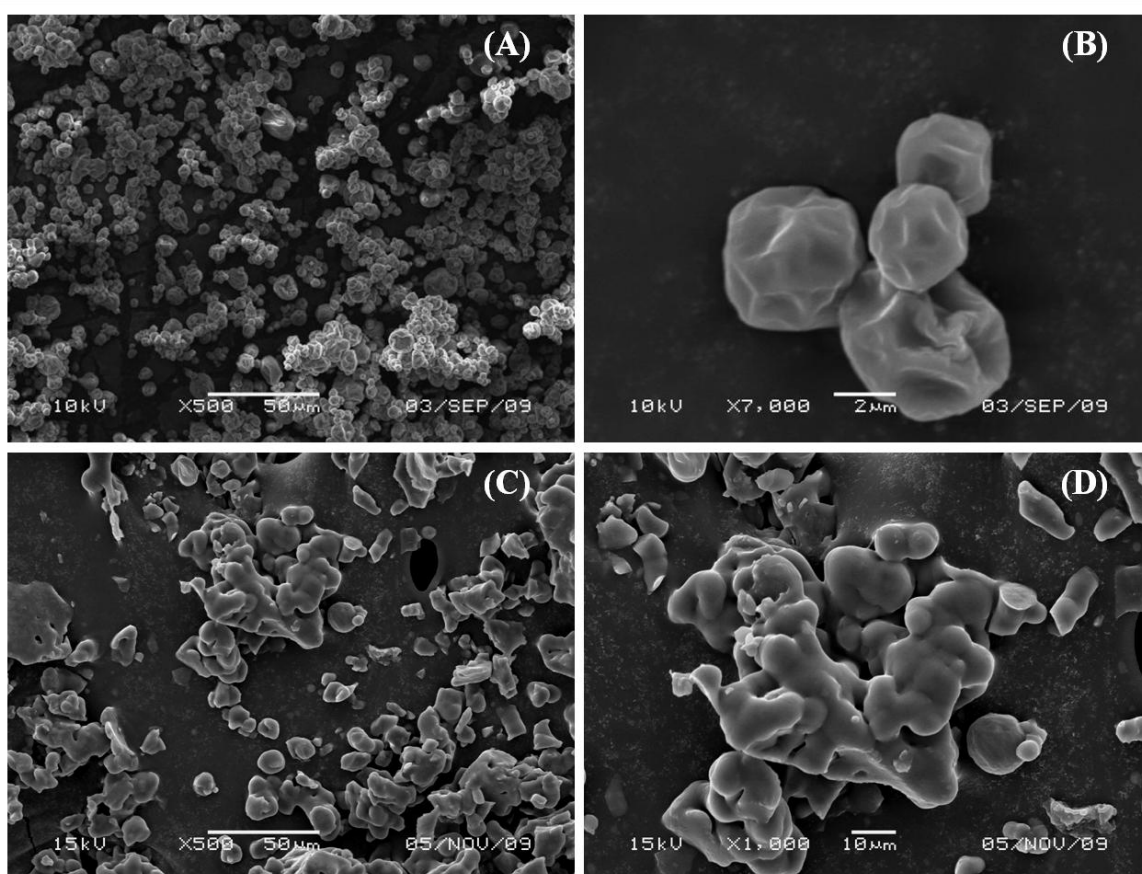


**Figura 4.18.** Micrografías de mucílago liofilizado a diferentes magnificaciones, estructura altamente porosa, A; acercamiento a la estructura porosa, B

Se observó una morfología parecida a una roca porosa, con algunas fisuras. La estructura altamente porosa del SL son provocados por el espacio vacío que deja el agua al momento de

la sublimación. Este tipo de morfología es característica en materiales liofilizados (Haque & Roose, 2006).

Para el polvo SA a las condiciones del punto central, la morfología presentada por las partículas fue parecida a esferas colapsadas, agrupadas en forma de aglomerados (Figura 4.19). Se observa una alta variación en el tamaño de partícula, lo cual concuerda con los resultados obtenidos por el método de difracción rayo laser antes mencionados. Algunos autores proponen que la aglomeración se debe a efectos electrostáticos y fuerzas de Van der Waals al momento de la atomización que provoca que las partículas individuales se unan para formar aglomerados (Walton & Mumford, 1999).



**Figura 4.19.** Micrografías de mucílago a diferentes magnificaciones SA (C1), mucílago a una  $a_w=0.2$ , A y B, mucílago hidratado a una  $a_w=0.4$ , C y D

El mucílago humidificado a un contenido de humedad de 19.1 % bs se observa en la Figura 4.21. Se observa el hinchamiento de las partículas causada por la adsorción de agua y

el alisamiento de las superficies de las partículas. Generalmente, en este tipo de estructuras “aglomerados” se tienen menos sitios activos de unión por lo cual su capacidad de sorción es limitada. Esta morfología concuerda con los resultados obtenidos en el comportamiento de adsorción de agua, ya que materiales sometidos a SA son menos higroscópicos que materiales liofilizados (Haque & Roose, 2006).

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

---

Ciencia es el arte de crear ilusiones convenientes, que el necio acepta o disputa, pero de cuyo ingenio goza el estudioso, sin cegarse ante el hecho de que tales ilusiones son otros tantos velos para ocultar las profundas tinieblas de lo insondable.

Carl Gustav Jung (1875-1961)

## 5.1. Conclusiones

- Es posible secar por aspersión mucílago de nopal sin necesidad de agregar un agente acarreador, obteniendo polvos estables de baja higroscopicidad para  $a_w$  menores del 0.6, presentando un estado vítreo a temperatura ambiente.
- El método de extracción no tiene influencia en la capacidad de obtener polvos de mucílago por aspersión, pero sí en el rendimiento de polvos y calidad de los mismos, siendo la viscosidad de la alimentación uno de los principales factores que afectan el proceso de secado.
- El proceso de secado por aspersión propicio la reducción de la viscosidad cortante y las propiedades viscoelásticas, siendo el módulo de almacenamiento ( $G'$ ) el más afectado. Probablemente al impacto térmico generado por las temperaturas de secado empleadas en el proceso, que provocaron una hidrólisis parcial del bio-polímero y generaron cadenas de menor peso molecular, que afectaron la respuesta reológica del material.
- Para todas las disoluciones del mucílago secado por aspersión la componente viscosa ( $G''$ ) fue mayor que la componente elástica ( $G'$ ) en el rango de frecuencias angulares estudiadas, observándose la zona terminal/viscosa, con una evolución de las componentes parecida al modelo de Maxwell.
- El modelo de Cross tuvo un mejor ajuste para las disoluciones de mucílago SA a concentraciones mayores de 3 % (p/v), lo que indica la aparición de una meseta Newtoniana a bajas velocidades de corte.
- El efecto Weissenberg para la muestra secada por aspersión a las condiciones del punto central se dio a una concentración del 7.2 % (p/v), indicando una respuesta más parecida al sólido a tiempos largos.
- La respuesta reológica de las disoluciones de mucílago puede ser compensada mediante un incremento en la concentración del mucílago, ya que solamente se redujeron las propiedades reológicas, mas no así el comportamiento reológico.
- El flujo de alimentación tuvo un efecto significativo ( $\alpha=0.05$ ) en todas las propiedades de los polvos estudiadas; densidad aparente, contenido de humedad y rendimiento de polvos.

- Las mejores condiciones de secado por aspersión encontradas fueron:  $T_e=130$  °C,  $F_a=2.3$  L/h y  $V=21000$  rpm, debido a que generan el mayor rendimiento, mantienen una DTP del tipo modal con un comportamiento de fluido no –Newtoniano del tipo de adelgazamiento a la cizalla y con un comportamiento viscoelástico de los más altos dentro del diseño experimental.

## **5.2.Recomendaciones**

- Optimizar el proceso de secado basándose en las propiedades reológicas mediante la ampliación del diseño factorial con corridas axiales y/o con otros métodos de optimización como superficies de respuesta.

- Estudiar el secado por aspersión de mucílago con agentes encapsulantes como maltodextrinas, carrageninas u otras gomas, con el fin de proteger al mucílago, reducir el impacto térmico, y en su caso observar si existe un sinergismo en las propiedades reológicas de las disoluciones reconstituidas.

- Hacer estudios de cromatografía de líquidos o gases con espectrofotometría de masas, para consolidar las respuestas generadas con la reología de mucílago, y así poder generar un esquema de la posible estructura molecular de las cadenas poliméricas en mucílago deshidratado, y probablemente poder simular la interacción de estas cadenas en disoluciones acuosas.

- Emplear algún método de concentración del extracto de mucílago en fresco, como ultrafiltración para hacer más eficiente la transferencia de energía y masa durante el proceso de secado por aspersión, y así poder reducir los costos generados.

- Estudiar el secado por aspersión basándose en la temperatura de transición vítrea del mucílago, variando la temperatura de aire a la salida del secador. Esto con el fin de entender mejor el fenómeno de pseudo-transición de fase durante el secado por aspersión para mucílago de *Ofi*, y generar modelos físicos que relacionen  $T_g$  con aspectos reológicos del polímero como las deformaciones, esfuerzos y módulos viscoelásticos.

- Analizar la respuesta reológica mediante la regla empírica de Cox-Merz, para observar la dependencia de la estructura del polímero en cuanto a la cizalla.

## REFERENCIAS

- A.O.A.C. (1984). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Arlington, Virginia, (pp. 573).
- Abrajám-Villaseñor, M. A. (2008). Efecto del método de extracción en las características químicas y físicas del mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y estudio de su aplicación como recubrimiento comestible. Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia, Depto. De Tecnología de Alimentos.
- Abu-Jdayil, B.; Banat, F.; Jumah, R.; Al-Asheh, S. & Hammad, S. (2004). A comparative study of rheological Characteristics of tomato paste and tomato powders solutions. International Journal of Food Properties, 7(3): 4983-497.
- Amin, E. S.; Awad, O. & El-Sayed, M. (1970). The mucilage of *Opuntia ficus indica*. Carbohydrate Research, 15: 159-161.
- Ayranci, E.; Ayranci, G & Dogantan, Z. (1990). Moisture sorption isotherm of dried apricot, fig and raisin at 20 °C and 36°C. Journal of Food Science. 55:1591-1593.
- Barnes, H. A. (2000). A handbook of elementary rheology. Institute of non-Newtonian fluid mechanics. University of Wales. ISBN 0-9538032-0-1.
- Cadden, A. M. (1985). Moisture sorption characteristics of several food fibers. Journal of Food Science, 53:1150-1155.
- Cai, W.; Lu, X. and Tang, J. (2008), Extraction, purification, and characterization of the polysaccharides from *Opuntia milpa alta*. Carbohydrate polymers, 71: 403-410.
- Cai, Y. Z. & Corke, H. (2000). Production and properties of spray-dried *Amaranthus* betacyanin pigments. Journal of Food Science, 65 (6): 1248-1252.
- Cano, B. J. & Torres, A. A. (2007). Las bondades del nopal. Revista de Construcción y Tecnología, 44-50.
- Cárdenas, A.; Arguelles, W. M. & Goycoolea, F. M. (1998). On the Possible Role of *Opuntia ficus indica* mucilage in lime mortar performance in the protection of historical Buildings, 1-8.
- Cárdenas, A.; Higuera-Ciapara, I. & Goycoolea F.M. (1997). Rheology and aggregation of Cactus (*Opuntia ficus indica*) mucilage in solution. Centro de Investigación en Alimentos y Desarrollo A.C., 152-157.
- Cerezal, P.; Castro, E. & Duarte, G. (2007). A research note on rheological behavior of some processed products from cactus pear (*Opuntia ficus-indica* [L.] mill.). Journal of Texture Studies, 38: 738-754.



- Chandra, S.; Eklund, L. & Villareal, R. R. (1998). Use of cactus in mortars and concrete. *cement and concrete research*, 28(1): 41-51.
- Chegini, G. R. & Ghobadian B. (2007). Spray dryer parameters for fruits juice drying. *World Journal of Agricultural Sciences*, 3(2): 230-236.
- Del-Valle, V.; Hernández-Muñoz, G. & A., Galotto, M.J. (2004). Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. *Food Chemistry*, 751-756.
- El-Etre, A.Y. (2003). Inhibition of aluminum corrosion using *Opuntia* extract. *Corrosion science*, 45: 2485-2496.
- Emy-kurozawa, L.; Gomes-Morassi, A.; Jin-Park, K. & Dupas-Hubinger, M. (2009). Spray drying of protein hydrolysate of chicken breast meat. 4th Inter-American Drying Conference, Montreal- Canada, 251-256.
- Flores-Valdez, E. A.; Luna, E. J. & Ramírez, M. P. (1995). Mercado mundial del nopalito, Universidad Autónoma de Chapingo (UACH), 1-176.
- Goodwin, I. W. & Hudhes, R. W. (2008). *Rheology for Chemist. An introduction*. 2nd edition, RSC publishing. ISBN: 978-0-85404-839-7.
- Goula, A. M., Konstantinos, G. & Adamopoulos G. (2005). Spray drying of tomato pulp in deshumidified air: I. The effect on powder recovery. *Journal of Food Engineering*, 66: 25-34.
- Grabowski, J. A.; Truong, V. D. & Daubert, C.R. (2008). Nutritional and rheological characterization of spray dried sweetpotato powder. *Journal of Food Science*, 41: 206–216.
- Granados-Sánchez, D. & Castañeda-Pérez, A. D. (1991). El nopal. Historia, fisiología genética e importancia frutícola. Ed. Trillas, 1ra edición, ISBN 968: 24-3850-0.
- Haque, Md. K. & Roose, Y. H. (2006). Differences in the physical state and thermal behavior of spray-dried and freeze-dried lactose and lactose/protein mixtures. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 7, 62-63.
- Hill, A. & Carrington, S. (2006). Understanding the links between rheology and particle parameters. *American Laboratory News*. 1-4.
- Jaya, S. & Das, H. (2005). Accelerated storage, shelf life and color of mango powders. *Food Engineering*, 1-18.
- Koocheki, A.; Mortazavi, S. A.; Shahidi, F.; Razavi, S. M. A. & Taherian, A. R. (2009). Rheological properties of mucilage extracted from *Alyssum homolocarpum* seed as new source of thickening agent. *Journal of Food Engineering*, 91: 490-496.

- Lahsasni, S.; Kouhila, M. & Mahrouz, M. (2004). Adsorption-desorption isotherm and heat of sorption of prickly pear fruit (*Opuntia ficus indica*). *Energy Conversion and Management*, 45:249-261.
- Lahsasni, S.; Kouhila, M.; Mahrouz, M. & Fliyou, M. (2003). Moisture adsorption-desorption isotherms of prickly pear cladode (*Opuntia ficus indica*) at different temperatures. *Energy Conversion and Management*, 44:923-936.
- Madjdoub, H.; Roudesli, S.; Picton, L.; Le Cerf, D.; Muller, G. & Grisel, M. (2001). Prickly pear nopals pectin from *Opuntia ficus indica*. Physicochemical study in dilute and semidilute solutions. *Carbohydrate Polymers*, 46: 69–79.
- Makosko, C. W. (1994). *Rheology principles, measurements, and applications*. Wiley-UCH. ISBN: 1-56081-579-5.
- Malkin, A. Ya. (1994). *Fundamentals topics in rheology*. ChemTec publishing. ISBN: 1-895198-09-7
- Masters, K. (1991). Applications in the food industry. In *Spray Drying Handbook*, 5th Ed.; Longman Scientific & Technical: New York, 587–638.
- Matsuhiro, B.; Lillo, E.; Sáenz, C.; Urzúa, C. & Zárate, O. (2005). Chemical characterization of the mucilage from fruits of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Polymers*, 63: 263-267.
- McGarvie, D. & Parolis, H. (1979). The Mucilage of *Opuntia ficus-indica*. *Carbohydrate Research*, 69, 171–179.
- McGarvie, D., & Parolis, H. (1981a). Methylation analysis of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 88: 305–314.
- McGarvie, D., & Parolis, H. (1981b). The acid-labile peripheral chains of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 94: 57-65.
- Medina-Torres, L.; Brito-De La Fuente E.; Torrestiana-Sánchez, B. & Katthain, R. (2000). Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). *Food Hydrocolloids*, 14:417-424.
- Medina-Torres, L.; Gallegos-Infante, J. A.; González-Laredo, R. F. & Rocha-Guzmán, N. E. (2007). Drying kinetics of nopal (*Opuntia ficus indica*) using three different methods and their effects on their mechanical properties. *LWT- Food Science and Technology*. 1-6
- Miller, S. M.; Fugate, E. J.; Craver, V. O.; Smith, J. A. & Zimmerman, J. B. (2008). Toward understanding the efficacy and mechanism of *Opuntia* spp. as a natural coagulant for potential application in water treatment. *Environmental Science Technology*, 1-6.
- Montgomery, D. C. (2005). *Diseño y análisis de experimentos*, 2ª edición, México Limusa Wiley. ISBN:

- Morris, E. R.; Cotler, A. N.; Ross-Murphy, S. B. & Rees, D. A. (1981). Concentration and shear rate dependence of viscosity in random coil polysaccharide solutions. *Carbohydrate polymers*, 1: 5-21.
- Moßhammer, R. M.; Stintzing, C. F. & Carle, R. (2006). Evaluation of different methods for the production of juice concentrates and fruit powders from cactus pear. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 7: 275-287.
- Narayan, P.; Marchant, D., & Wheatley, M. A. (2001). Optimization of spray drying by factorial design for production of hollow microspheres for ultrasound imaging. *Hollow Microspheres for Ultrasound Imaging*, 56, 333-341.
- Nobel, P.; Cavelier, J. & Andrade, J. L. (1992). Mucilage in cacti: its apoplastic capacitance, associated solutes, and influence on tissue water relations. *Journal of Experimental Botany*, 43: (250), 641-648.
- Núñez-Santiago, M. C.; Méndez, M. G. & Solorsa, F. J. (2002). *Introducción a la Reología*, Instituto Politécnico Nacional, 1ra edición, Págs. 104.
- Oomah, B. D. & Mazza, G. (2001). Optimization of a spray drying process for flaxseed gum. *International Journal of Food Science and Technology*, 36, 135-143.
- Orozco, A. C.; Díaz, S. D. & García S. S. (2007). Extracto de nopal: reología y secado por aspersión. VI Congreso iberoamericano de ingeniería de alimentos (pp.277-283), Guanajuato-México.
- Paulsen, B. S. & Lund, P. S. (1979). Water-soluble polysaccharides of *Opuntia ficus indica* cv ‘‘Burbank’s spineless’’. *Phytochemistry*, 18: 569–571.
- Perry, R. & Green D. (2003). *Manual del Ingeniero Químico*, Ed. Mc Graw Hill, Vol.III, 7 edición, 12-110: 12-115.
- Quirijns, E. J.; van Boxtel A. J. B.; van Loon, W. K. P., & van Straten, G. (2005). Sorption isotherms, GAB parameters and isosteric heat of sorption. *Journal of Food Science and Agriculture*, 85, 1805-1814.
- Ramírez-Nava., J. S. (2006). *Fundamentos de Reología en Alimentos*, JSR e-books, Cali, Valle, Colombia, 1-46.
- Resch, J. J.; Daubert C. R. & Foegeding, E. A. (2004). A comparison of drying operations on the rheological properties of whey protein thickening ingredients. *International Journal of Food Science and Technology*, 39: 1023-1031.
- Rodríguez-Hernández, G. R.; González-García, R.; Grajales-Lagunés, A. & Ruiz-cabrera, M. A. (2005). Spray-Drying of Cactus Pear Juice (*Opuntia streptacantha*): Effect on the physicochemical properties of powder and reconstituted product. *Drying Technology*, 23: 955–973.

- Saag, K. M. L., Sanderson, G., Moyna, P. & Ramos, G. (1975). Cactaceae mucilage composition. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 26: 993–1000.
- Sáenz, C.; Sepúlveda, E. & Matsuhira B., (2004). *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspective. *Journal Arid Environments*, 57: 275-290.
- Salem, R. M.; Ismail, A. A. & El Husai, A.A. (1983). Corrosion inhibition by naturally occurring substance-IX. The effect of the aqueous extracts of some seeds, leaves, fruits and fruit-peels on the corrosion of Al in NaOH. *Corrosion Science*, 23(11): 1239-1241.
- Salvador A.; Sanz, T. & Fiszman S. M. (2001). Rheological properties of xanthan gum-gelatine spray-dried mixtures. Application in a custard-like formulation. *Eur Food Res Technol*, 212:208-212.
- Schirra, M. (1998). Storage trials of cactus pear (*Opuntia ficus-indica* Miller L.) fruit with non-conventional methods. *International Symposium Proceedings: Cactus pear and nopalitos processing and uses*. Office of Arid Lands Studies, Chile.
- Sepúlveda, E.; Sáenz, C.; Aliaga E. & Aceituno C., (2007). Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of arid environments*, 68, 534-547.
- Servais, C.; Jones, R. & Roberts, I., (2002). The influence of particle size distribution on the processing of food. *Journal of Food Engineering*, 51, 201-208.
- Shiga, H.; Yoshii, H.; Nishiyama, T.; Furuta, T.; Forssele, P.; Poutanen, K. & Linko, P., (2001). Flavor encapsulation and release characteristics of spray-dried powders by the blended encapsulant of cyclodextrin and gum arabic. *Drying Technology*, 19(7): 1385–1395.
- Souza, A. S.; Borges, S. V.; Magalhaes, N. F.; Ricardo, H. V.; Cereda, M. P. & Daiuto, E. R. (2009). Influence of spray drying conditions on the physical properties of dried pulp tomato. *Ciencia y Tecnología de los Alimentos*, 29(2):291-294.
- Soysal, Y. & Öztekin, S. (2001). Sorption isosteric heat for some medicinal and aromatic plants. *Journal of Agriculture Engineering Research*, 78:159-166.
- Steffe, J. F. (1996). *Rheological methods in food process engineering*. 2 edition, Freeman Press, USA. ISBN: 0-9632036-1-4.
- Tonon, R. V.; Barbet, C. & Hubinger, N.D. (2008). Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai (*Euterpe oleraceae* Mert.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88:411-418.
- Torres-Acosta, A. A. (2007). *Opuntia ficus indica* (Nopal) mucilage as a steel corrosion inhibitor in alkaline media. *J App. Electrochemical*, 37:835–841.

- Trachtenberg, S. & Mayer, A. M. (1981). Composition and Properties of *Opuntia ficus indica* mucilage. *Phytochemistry*, 20(12): 2665–2668.
- Trachtenberg, S. & Mayer, A. M. (1982). Biophysical properties of *Opuntia ficus indica* mucilage. *Phytochemistry*, 21(12): 2835–2843.
- Uribe, E.; Miranda, M.; Lemus, R. & Vega-Gálvez, A. (2008). Moisture adsorption and desorption isotherm of Aloe Vera (*Aloe barbadensis miller*) and determination of sorption heats. *International Journal of Food Engineering*, 4(12): 1-17.
- Walton, D. E. & Mumford, C. J. (1999). Spray dried products-characterization of particle morphology. *Trans IChemE*, 77, Part A, 21-37.
- Wang, Y.; Wang, L-J.; Li, D.; Xue, J. & Mao, Z-H. (2009). Effects of drying methods on rheological properties of flaxseed gum, *Carbohydrate Polymers*, 03-025.
- Yañez-Fernández, J.; Orozco-Álvarez, C. & Velásquez-Sánchez, M. (2006). Isotermas de sorción de mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill) deshidratado. *Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 16(3): 34-37.

## ANEXO A

Análisis de Varianza

Respuesta: Rendimiento de polvos (%)

Source term	DF	Sum of squares	Mean Square	F-ratio	Prob level	Power (Alpha=0.05)
A: Te	2	892.7073	446.3536	6.90	0.027808*	0.722671
B: V	2	2701.476	1350.738	20.89	0.001981*	0.993746
AB	4	752.2145	188.0536	2.91	0.117393	0.445524
C: Fa	2	3096.236	1548.118	23.94	0.001381*	0.997508
AC	4	1009.689	252.4221	3.90	0.067758	0.570984
BC	4	2095.822	523.9554	8.10	0.013462*	0.883933
ABC	8	1458.569	182.3212	2.82	0.111709	0.497175
S	6	388.0089	64.66816			
<b>Total (Adjusted)</b>	<b>32</b>	<b>12394.72</b>				
<b>Total</b>	<b>33</b>					

\* Term significant at alpha = 0.05

Respuesta: Contenido de humedad (% bs)

Source term	DF	Sum of squares	Mean Square	F-ratio	Prob level	Power (Alpha=0.05)
A: Te	2	295.9146	147.9573	65.19	0.000085*	1.000000
B: V	2	74.36	37.18	16.38	0.003709*	0.976729
AB	4	93.34265	23.33566	10.28	0.007468*	0.946371
C: Fa	2	248.3331	124.1665	54.70	0.000141*	1.000000
AC	4	37.53751	9.384377	4.13	0.060401	0.597295
BC	4	57.70031	14.42508	6.36	0.023863*	0.792866
ABC	8	71.34257	8.917821	3.93	0.056303	0.651427
S	6	13.6187	2.269783			
<b>Total (Adjusted)</b>	<b>32</b>	<b>892.1494</b>				
<b>Total</b>	<b>33</b>					

\* Term significant at alpha = 0.05

Respuesta: Temperatura del aire a la salida del secador (°C)

Source term	DF	Sum of squares	Mean Square	F-ratio	Prob level	Power (Alpha=0.05)
<b>A: Te</b>	2	1595.295	797.6477	175.09	0.000005*	1.000000
<b>B: V</b>	2	2.041667	1.020833	0.22	0.805646	0.071821
<b>AB</b>	4	77.04166	19.26042	4.23	0.057728	0.607607
<b>C: Fa</b>	2	1820.042	910.0208	199.76	0.000003*	1.000000
<b>AC</b>	4	70.04166	17.51042	3.84	0.069845	0.564018
<b>BC</b>	4	35.04167	8.760417	1.92	0.225970	0.306645
<b>ABC</b>	8	145.0417	18.13021	3.98	0.054741	0.657599
<b>S</b>	6	27.33333	4.555555			
<b>Total (Adjusted)</b>	32	3771.879				
<b>Total</b>	33					

\* Term significant at alpha = 0.05

## ANEXO B

### Anexo fotográfico

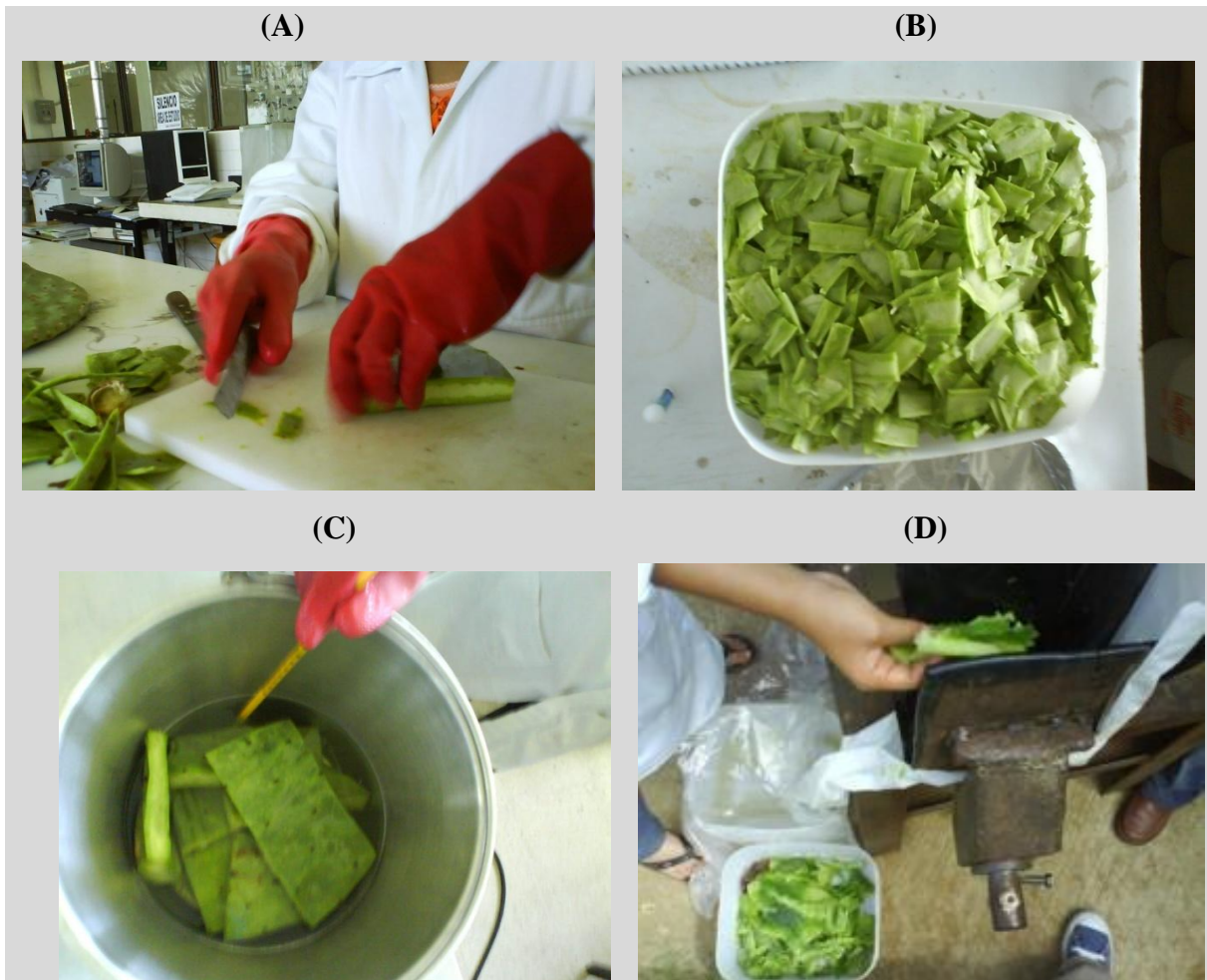


Figura 1. Proceso de extracción, cortado de los cladodios (A); nopal rallado (B); extracción acuosa (C); proceso de prensado (D).



(A)



(B)



Figura 2. Secador por aspersión: Büchi B-290 (A), Mobile Minor Niro (B).

(A)

(B)



(C)

(D)

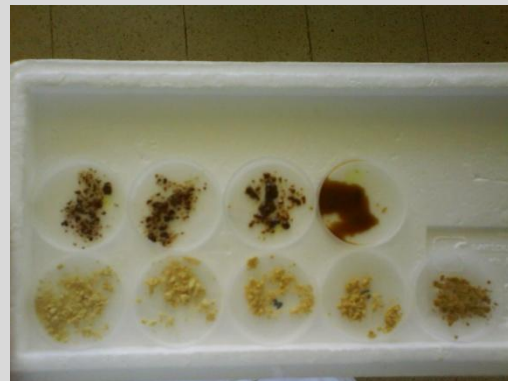


Figura 3. Reómetro AR2000 (A); Tamaño de partícula MALVERN (B);  
Mucílago liofilizado (C); Pruebas de adsorción de agua del mucílago (D).