



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

**ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS BIOLÓGICAS
DEPARTAMENTO DE GRADUADOS E INVESTIGACIÓN EN ALIMENTOS**

**ENCAPSULACIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE
NARANJA EN UN SECADOR DE LECHO POR
FUENTE FLUIDIZADO CON SÓLIDOS INERTES**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

**MAESTRO EN CIENCIAS
EN ALIMENTOS**

P R E S E N T A :

IBQ. CLAUDIA VELÁZQUEZ CONTRERAS

DIRECTORES DE TESIS:

DR. GUILLERMO I. OSORIO REVILLA

DRA. TZAYHRI G. GALLARDO VELÁZQUEZ



MÉXICO, D. F. 2008

El presente proyecto de investigación fue realizado en el Laboratorio pesado, ubicado en el Departamento de Ingeniería Bioquímica, en el Laboratorio Central de Instrumentación-Investigación del Departamento de Biofísica y el Laboratorio de Microscopía de la Escuela Nacional de Ciencias Biológicas del Instituto Politécnico Nacional, bajo la dirección del Dr. Guillermo I. Osorio Revilla y de la Dra. Tzayhrí Gallardo Velázquez dentro del proyecto de investigación CGPI-20070418 y con el apoyo de CONACyT.

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS.....	VI
ÍNDICE DE CUADROS.....	XI
RESUMEN.....	XIII
SUMMARY	XIV
1. INTRODUCCIÓN.	1
2. ANTECEDENTES.	2
2.1. ACEITES ESENCIALES.	2
2.1.1. <i>Aceite esencial de naranja.</i>	4
2.2. ALMIDONES MODIFICADOS.	9
2.2.1. <i>Características del almidón modificado N-Lok.</i>	13
2.3. ENCAPSULACIÓN.	15
2.4. SECADO POR ASPERSIÓN.	17
4.5. LECHO POR FUENTE.	19
2.5.1 <i>Secado de suspensiones y soluciones en un lecho por fuente convencional con sólidos inertes.</i>	22
3. JUSTIFICACIÓN.....	26
4. OBJETIVOS.....	27
5. MATERIALES Y MÉTODOS.....	28
5.1. MATERIALES.	28
5.2. EQUIPO EXPERIMENTAL.....	29
5.2.1. <i>Sistema de aspersion de la alimentación.</i>	31
5.2.2. <i>Lecho de sólidos inertes.</i>	32
5.2.2.1. Teflón FEP (fluor etilen propilen)	32
5.3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.	33

5.4. MÉTODOS.....	35
5.4.1. Calibración de medidores de flujo del aire por la fuente y el espacio anular.	35
5.4.2. Flujos de aire alimentados durante el secado.	35
5.4.3. Calibración del rotámetro de alimentación.	36
5.4.4. Caracterización de los sólidos inertes.....	36
5.4.4.1. Tamaño de partícula.....	37
5.4.4.2. Densidad de partícula.....	37
5.4.4.3. Densidad a granel de un lecho flojamente empacado.	38
5.4.4.4. Porosidad del lecho.	38
5.4.4.5. Diámetro de esfera equivalente.	39
5.4.4.6. Esfericidad.	39
5.4.4.7. Velocidad mínima de fluidización (Umf).....	41
5.4.4.8. Velocidad mínima de formación de la fuente (Ums).	41
5.4.4.9. Velocidad mínima de formación de la fuente con tubo central (Umst). ..	42
5.4.5. Caracterización del aceite esencial de naranja.	42
5.4.5.1. Caracterización cromatográfica.	43
5.4.6. Preparación de la emulsión aceite esencial/N-Lok.....	46
5.4.7. Caracterización de la emulsión.	46
5.4.7.1. Determinación de viscosidad de la emulsión.	46
5.4.7.2. Estabilidad de la emulsión.	47
5.4.7.3. Determinación del tamaño y distribución de la gota de aceite en la emulsión.....	47
5.4.8. Condiciones de operación de las corridas de secado.	48
5.4.9. Caracterización del producto encapsulado.	49
5.4.9.1. Determinación de contenido de aceite volátil total.	49
5.4.9.2. Determinación del contenido de aceite volátil superficial.	50
5.4.9.3. Determinación del contenido de humedad.....	50
5.4.9.4. Determinación de la densidad a granel.	51
5.4.9.5. Determinación del tamaño de partícula del producto encapsulado	51
5.4.9.6. Morfología del producto encapsulado por microscopía electrónica.....	51

5.4.10. MATRIZ DE DISEÑO PARA LLEVAR A CABO LAS CORRIDAS DE SECADO EN SECADOR DE LECHO POR FUENTE FLUIDIZADO.	52
5.4.11. <i>Comparación del proceso de encapsulación en secado por aspersión y en secado de lecho por fuente fluidizado.</i>	53
5.4.11. <i>Almacenamiento del producto secado en condiciones óptimas en secado de lecho por fuente fluidizado y secado por aspersión.</i>	54
6. PRUEBAS PRELIMINARES.	55
7. RESULTADOS.	57
7.1. CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE FLUJO DEL AIRE POR LA FUENTE Y EL ESPACIO ANULAR.	57
7.1. CALIBRACIÓN DEL ROTÁMETRO DE ALIMENTACIÓN DE LA EMULSIÓN.	57
7.2. CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS INERTES.	58
7.3. CARACTERIZACIÓN DE LA EMULSIÓN.	62
7.3.1. <i>Determinación de viscosidad.</i>	62
7.3.2. <i>Estabilidad de la emulsión.</i>	64
7.3.3. <i>Determinación del tamaño y distribución de partícula en la emulsión.</i>	65
7.4. CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO ENCAPSULADO.	67
7.4.1. <i>Eficiencia de retención y de encapsulación.</i>	73
7.4.2. <i>Análisis estadístico.</i>	76
7.4.3. <i>Seguimiento de la calidad de los productos secados por aspersión y por lecho por fuente fluidizado bajo las condiciones óptimas de secado.</i>	85
7.4.4. <i>Perfil cromatográfico del aceite esencial de naranja encapsulado.</i>	89
8. CONCLUSIONES.	95
9. BIBLIOGRAFÍA.	98
9.1. REFERENCIAS DE INTERNET.....	104
10. APÉNDICE	105
10.1. CURVAS DE CALIBRACIÓN DE LOS SOPLADORES DE AIRE POR FUENTE Y POR EL ÁNULO.	105

10.2. CURVA DE CALIBRACIÓN DEL ROTÁMETRO DE ALIMENTACIÓN DE LA EMULSIÓN.	106
10.3. CURVA DE FLUJO DE LA EMULSIÓN UTILIZADA.....	106
10.4. COMPARACIÓN DE DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE CON LOS OBTENIDOS CON EL POLINOMIO DE RESPUESTA.....	107
10.5. CURVAS TIPO PARA OBTENCIÓN DE CONCENTRACIONES DE ESTÁNDARES CROMATOGRÁFICOS.	109

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Partes de la naranja (Kealey and Kinsella, 1979).	4
Figura 2. Componentes de la naranja (Kealey and Kinsella, 1979).	5
Figura 4. Estructura química de la carvona.	6
Figura 3. Estructura química del α -pineno y β -pineno.	6
Figura 5. Estructura química del limoneno.	7
Figura 6. Estructura química del linalool.	7
Figura 7. Estructura química del mirceno.	7
Figura 8. Mecanismo de emulsificación con almidón modificado (Anónimo, 2005).	14
Figura 9. Representación esquemática de un secador por aspersion (Mendoza <i>et al.</i> , 2004).	18
Figura 10. Representación esquemática de un lecho por fuente convencional (Epstein and Grace, 1984).	20
Figura 11. Esquema típico de un secador de lecho por fuente convencional para secado de soluciones y suspensiones (Osorio, 1990).	23
Figura 12. Diagrama del secador de lecho por fuente fluidizado utilizado en el presente trabajo.	30
Figura 13. Sólidos inertes.	33
Figura 14. Diagrama de bloques del trabajo experimental.	34

Figura 15. Diámetros internos y externos del sólido inerte que se tomaron para determinar la esfericidad (Mohsenin, 1970).	40
Figura 16. Determinación experimental de la velocidad mínima de fluidización.	60
Figura 17. Determinación experimental de la velocidad mínima para la formación de la fuente sin tubo central.	60
Figura 18. Determinación experimental de la velocidad mínima para la formación de la fuente con tubo central.	61
Figura 19. Cálculo de índice de consistencia (k) e índice de comportamiento (n) para la emulsión utilizada.	63
Figura 20. Variación de la viscosidad con la velocidad de deformación de la emulsión formada.	64
Figura 21. Estabilidad de la emulsión de N-Lok al 20%w y aceite esencial de naranja (relación 1:4)	65
Figura 22. Distribución de tamaño de partícula obtenido para la emulsión aceite N-Lok 1:4	66
Figura 23. Ejemplo de la distribución del tamaño de partícula obtenida para el producto secado en el secador de lecho por fuente fluidizado a $T_i=125^{\circ}\text{C}$, $T_0=90^{\circ}\text{C}$ y 1.2 Umst .	71
Figura 24. Distribución de tamaño de partícula obtenido para el producto secado por aspersion ($T_i=200^{\circ}\text{C}$ y $T_0=120^{\circ}\text{C}$) y secado de lecho por fuente fluidizado ($T_i=125^{\circ}\text{C}$, $T_0=90^{\circ}\text{C}$ y velocidad el aire de flujo = 1.2 Umst).	73

-
- Figura 25. Microscopía electrónica de producto secado por aspersión (a) ($T_i=200^{\circ}\text{C}$ y $T_o=120^{\circ}\text{C}$) y secado en lecho por fuente fluidizado (b) ($T_i=155^{\circ}\text{C}$, $T_o=80^{\circ}\text{C}$ y velocidad el aire de flujo = 1.2 Umst). 73
- Figura 26. Relación entre eficiencia de retención y eficiencia de encapsulación en función de las temperaturas de entrada y salida del aire de secado para todas las condiciones de operación en el secador de lecho por fuente fluidizado y el secado por aspersión 74
- Figura 27. Superficie de respuesta para el por ciento de Retención. 79
- Figura 28. Superficie de respuesta para el por ciento de Encapsulación. 79
- Figura 29. Regresión polinomial de los datos obtenidos para secado por aspersión, para la obtención de los polinomios de respuesta. 81
- Figura 30. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de retención (%R) del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado. 83
- Figura 31. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de encapsulación (%E) del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado. 83
- Figura 32. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de retención (%R) del proceso de secado por aspersión. 84
- Figura 33. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de encapsulación (%E) del proceso de secado por aspersión. 84

-
- Figura 34. Variación de la eficiencia de retención y eficiencia de encapsulación del producto secado en las condiciones óptimas tanto en el secado por aspersión como en el secador de lecho por fuente fluidizado en un periodo de 3 ½ meses. 86
- Figura 35. Microscopía electrónica de producto secado por aspersión al inicio del almacenamiento (recién obtenido del proceso de secado) (a) y a los 2 ½ meses de almacenamiento (b). 88
- Figura 36. Microscopía electrónica de producto secado en secador de lecho por fuente fluidizado al inicio del almacenamiento (recién obtenido del proceso de secado) (a) y a los 2 ½ meses de almacenamiento (b). 88
- Figura 37. Cromatograma de la comparación de aceite esencial de naranja (AE), producto secado por aspersión (SA) y producto secado en lecho por fuente fluidizado (SB) a 1.5 meses de seguimiento. 91
- Figura 38. Cromatograma de la comparación de aceite esencial de naranja (AE), producto secado por aspersión (SA) y producto secado en lecho por fuente fluidizado (SB) a 3.5 meses de seguimiento. 92
- Figura 39. Curva de calibración del medidor de orificio del soplador que alimenta al spout (canal central). 105
- Figura 40. Curva de calibración del medidor de orificio del soplador que alimenta por el anulo. 105
- Figura 41. Curva de calibración del rotámetro de alimentación con una emulsión 1:4 aceite esencial de naranja a la solución al 20% de N-Lok. 106
- Figura 42. Curva de flujo de la emulsión utilizada. 106
- Figura 43. Curva tipo de α - pineno. 109
-

Figura 44. Curva tipo de β - pineno.	109
Figura 45. Curva tipo de mirceno.	110
Figura 46. Curva tipo de limoneno.	110
Figura 47. Curva tipo de linalool.	111
Figura 48. Curva tipo de carvona.	111

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1. Propiedades sensoriales y fisicoquímicas para aceite esencial de naranja, indicados en los estándares AFNOR NFT 75-202.	43
Cuadro 2. Condiciones de trabajo para cromatografía de gases para la caracterización de aceite esencial de naranja*.	45
Cuadro 3. Condiciones de secado para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado.	49
Cuadro 4. Orden de realización de corridas en el secador de lecho por fuente fluidizado según el diseño factorial 4x2x2 (4 niveles de T_i , 2 de T_o y 2 de V) y una repetición en cada punto.	52
Cuadro 5. Condiciones de secado para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador por aspersion. Presión de aire para la operación del disco centrifugo 4 kg/cm^2 .	53
Cuadro 6. Condiciones de secado inicialmente planteadas para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.	55
Cuadro 7. Condiciones de secado definitivas para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.	56
Cuadro 8. Caracterización físicas e hidrodinámicas de las partículas de fluor etilen propilen (FEP) utilizadas como lecho de inertes.	59
Cuadro 9a. Caracterización del producto encapsulado obtenido del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.	68
Cuadro 9b. Caracterización del producto encapsulado obtenido del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.	689
Cuadro 10. Coeficientes no codificados de regresión estimados para la obtención del polinomio de respuesta para por ciento de retención y por ciento de encapsulación.	77

Cuadro 11. Condiciones óptimas para llevar a cabo el secado del producto en lecho por fuente fluidizado y dar seguimiento del producto durante tres meses y medio.	80
Cuadro 12. Condiciones óptimas para llevar a cabo el secado del producto secado por aspersión y dar seguimiento del producto durante tres meses y medio.	82
Cuadro 13. Perfil cromatográfico de los componentes principales del aceite esencial de naranja original destilado.	89
Cuadro 14. Resultados de porcentaje de abundancia del ensayo cromatográfico del aceite esencial de naranja asociado al por ciento de retención (%R).	90
Cuadro 15. Resultados de concentración de los componentes volátiles estándar del ensayo cromatográfico del aceite esencial de naranja asociado al por ciento de retención (%R)	94
Cuadro 16. Por ciento de retención y por ciento de encapsulación obtenido del proceso de encapsulación en un secador de lecho por fuente fluidizado y la comparación con lo obtenido mediante el polinomio de respuesta obtenido del programa MINITAB 14.	107
Cuadro 17. Por ciento de retención y por ciento de encapsulación obtenido del proceso de encapsulación en un secador por aspersión y la comparación con lo obtenido mediante el polinomio de respuesta obtenido.	108

RESUMEN

Se prepararon emulsiones con relación 1:4 de aceite esencial de naranja y almidón modificado N-Lok, las cuales fueron homogenizadas a 10,000 rpm durante 10 min y fueron sometidas a un proceso de secado utilizando un secador de lecho por fuente-fluidizado con sólidos inertes a diferentes temperaturas de entrada T_i (170, 155, 140 y 125°C), salida del aire de secado T_o (80 y 90°C), diferentes velocidades de aire por la fuente (equivalente a 1.5 y 1.2 U_{mst}) y por el anulo equivalente a 0.7 U_{mf} respectivamente. Al producto encapsulado se le determinó la eficiencia de retención y encapsulación de aceite esencial de naranja. Éstas fueron comparadas con el proceso de secado por aspersion utilizando diferentes temperaturas de entrada de aire (180, 200 y 220°C) y temperaturas de salida de aire de secado (110 y 120°C). Los resultados de eficiencia de retención y encapsulación mostraron que conforme se aumenta la temperatura de entrada y salida del aire de secado ambas eficiencias aumentan obteniendo que la muestra seca a 1.2 U_{mst} , T_i de 155°C y T_o de 80°C, presenta una mayor eficiencia de retención y de encapsulación (59.57% y 56.30% respectivamente). Si bien tanto la eficiencia de retención y de encapsulación no son tan altas como las obtenidas en secado por aspersion que son del 65 – 80%, se observa que la cantidad de aceite que es retenido durante el secado de lecho por fuente fluidizado es casi completamente encapsulado lo que indica que el proceso de encapsulación podría ser mejor que el de secado por aspersion. Adicionalmente la formación de partículas de mayor tamaño que en secado por aspersion y las paredes más gruesas del encapsulado, proporcionan mayor protección al aceite esencial de naranja, pues durante el seguimiento del producto almacenado a temperatura ambiente en frascos de vidrio cerrados por tres meses y medio se observó que la disminución del porcentaje de aceite esencial encapsulado es menor en el secado de lecho por fuente fluidizado que en el secado por aspersion (de un 91 a 88% en secado de lecho por fuente y de 84 a 78% en secado por aspersion). Al comparar los resultados de cromatografía de gases de los productos almacenados se observó que el producto que presenta una menor degradación es el secado en lecho por fuente fluidizado.

SUMMARY

Emulsions with ratio 1:4 of essential orange oil to modified starch N-Lok were prepared by relation and homogenized to 10,000 rpm during 10 min. This emulsions were dried using a spouted bed drier with inert solids under different operating conditions: air drying temperature through the spout, 170, 155, 140 and 125°C; air drying temperature through the annulus, 80 and 90°C, air velocity, equivalent to 1.5 and 1.2 Umst (minimum spouting velocity) and additional annular air flow rate equivalent to 0.7 Umf (minimum fluidization velocity). The efficiencies were determined. These were compared with the ones obtained in a spray drying process using different inlet air temperatures (180, 200 and 220°C) and outlet air temperatures (110 and 120°C). The results showed that both retention and encapsulation efficiencies increased with inlet and outlet air drying temperature, obtaining for the sample dried at 1.2 Umst, 155 ° C T_i and 80 ° C T_o a maximum efficiencies 59.57 % and 56.30% respectively. In general the retention and encapsulation efficiencies were not as high as those obtained in the spray drying which were in the range of 65 - 80%, but it was observed that the oil retained in the spouted bed dryer was almost completely encapsulated, indicating that the encapsulation process in this kind of equipment could be better in this regard to that obtained in spray drying. Additionally the formation of larger particles than in spray drying, with thicker encapsulating walls provide better protection of the orange essential oil. Since during the monitoring of the product stored in closed glass containers for three and a half months was observed a lower decrease in the percentage of the encapsulated essential oil in the spouted bed drier product than in the spray dried one (91 to 88% in the spouted bed drier and 84 to 78% in spray dried). Comparing results of the store products, gas chromatography it was observed that the product that showed less degradation was the one dried in the spouted bed drier whit inert solids.

1. INTRODUCCIÓN.

Diversos métodos han sido propuestos en la literatura para la producción de microcápsulas, siendo el secado por aspersion el más utilizado. Debido a los costos de instalación y fabricación del secado por aspersion se han buscado alternativas de menor costo entre las que se encuentra el secado de lecho por fuente "Spouted Bed", sobre sólidos inertes, una de las más promisorias (Baracat *et al.*, 2004). Desde que su introducción en 1955 (Mathur and Gishler, 1955) esta técnica ha sido utilizada en una gran variedad de operaciones como (Mathur and Epstein, 1974): Secado de materiales granulares, granulacion, secado de soluciones y suspensiones, recubrimiento, desinfectado de granos y mezclado de sólidos. La utilizacion del lecho por fuente para la obtencion de polvos finos a partir de pastas, suspensiones y soluciones fue desarrollada por investigadores de la ex Union Soviética en el Instituto Tecnológico de Leningrado (Mujumdar A., 1983). Sin embargo, poco son los informes que están disponibles en la literatura sobre el uso de este equipo para la microencapsulacion de aceites esenciales y otros productos. Únicamente se han encontrado dos referencias: los trabajos de Baracat *et al.*, (2004) y recientemente de Marreto *et al.*, (2006) que estudian la aplicabilidad del spouted bed para el proceso de microencapsulacion en productos farmacéuticos obteniendo que es un proceso promisorio ya que forma cápsulas con paredes más duras lo que reduce la velocidad de liberacion del medicamento.

Si bien no hay reportes de la encapsulacion de aceites esenciales en el spouted bed, el fenómeno para la encapsulacion es similar al de productos farmacéuticos por lo que partiendo de estos trabajos se puede suponer que al encapsular aceite esencial de naranja se obtendrán resultados similares o mejores que al encapsular aceite mediante secado por aspersion, razón por lo cual se plantea el presente trabajo.

2. ANTECEDENTES.

2.1. ACEITES ESENCIALES.

Con el nombre de aceites esenciales se conoce al líquido oleoso volátil, generalmente insaponificable que se obtiene de las diferentes partes de una planta (hojas, raíces, flores, semillas y frutas) por algún método físico de extracción. Representa la fracción aromática más importante del vegetal; está constituido por una mezcla muy compleja de compuestos, principalmente terpenos, alcoholes, cetonas, fenoles, ácidos, aldehídos y ésteres; se solubilizan parcialmente en etanol, cloroformo y aceites fijos (grasas y aceites) y son insolubles en agua (Badui, 1993).

Los aceites esenciales se pueden extraer mediante diferentes métodos como: presión en frío, destilación con vapor de agua, extracción con disolventes volátiles y enfleurage o enflorado, los cuales se describen a continuación (Alberto, 1999 y Judd *et al.*, 2002).

- a. *Presión en frío:* en ésta el material vegetal es exprimido mecánicamente para liberar el aceite y este es recolectado y filtrado. Este método es utilizado para el caso de las esencias de cítricos.

- b. *Destilación con vapor de agua:* en este método, la muestra vegetal generalmente fresca y cortada en trozos pequeños, se coloca en un recipiente cerrado con agua y es sometida a una corriente de vapor de agua sobrecalentado, la esencia arrastrada por el vapor es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa. Esta técnica es muy utilizada especialmente para esencias fluidas, especialmente las

utilizadas para perfumería. Se utiliza a nivel industrial debido a su alto rendimiento, la pureza del aceite obtenido y porque no requiere tecnología sofisticada.

- c. *Extracción con disolventes volátiles*: la muestra seca y molida se pone en contacto con disolventes tales como alcohol, cloroformo, etc. Estos disolventes solubilizan la esencia pero también solubilizan y extraen otras sustancias tales como grasas y ceras, obteniéndose al final una esencia impura. Se utiliza a escala de laboratorio pues a nivel industrial resulta costoso por el valor comercial de los disolventes, porque se obtienen esencias impurificadas con otras sustancias y además por el riesgo de explosión e incendio característicos de muchos disolventes orgánicos volátiles.

- d. *Enflorado o Enfleurage*: el material vegetal (generalmente flores) es puesto en contacto con una grasa. La esencia es solubilizada en la grasa que actúa como vehículo extractor. Se obtiene inicialmente una mezcla (concreto) de aceite esencial y grasa la cual es separada posteriormente por otros medios físico-químicos, los cuales generalmente se basan en la adición de alcohol caliente a la mezcla y su posterior enfriamiento para separar la grasa (insoluble) y el extracto aromático (extracto). Esta técnica es empleada para la obtención de esencias florales (rosa, jazmín, azahar, etc.), pero su bajo rendimiento y la difícil separación del aceite extractor la hacen costosa.

Los aceites esenciales tienen características sensoriales muy similares a la materia prima de donde provienen, pero con una potencia o intensidad hasta 100 veces mayor;

por lo que se usan en concentraciones que van de 0.01 a 0.1% para aromatizar diversos alimentos, bebidas, perfumes, etc. (Hoagland, 1978).

2.1.1. Aceite esencial de naranja.

Las frutas cítricas como la naranja consisten de una cáscara exterior la cual se conforma de un flavedo, glándulas de aceite, albedo y sacos donde se encuentra el jugo (ver figura 1). La epidermis consiste de plaquetas de una capa de cera epicuticular. El flavedo en la región subepidermal contiene los cromoplastos que imparten el color naranja característico del fruto, aquí también se encuentran numerosos sacos de aceite que contienen aceite esencial aromático. Debajo de las glándulas del aceite, el flavedo se mezcla en el albedo (mesocarpio).

Entre el flavedo y los segmentos, se sitúa el albedo. El albedo se compone de capas esponjosas de células ricas en los glucósidos (flavanones), pectina y enzimas pépticas. La carne interna consiste de los segmentos maduros de la fruta (carpelos), aproximadamente diez, distribuidos alrededor de una base sustancial suave que forma el eje central de la fruta (Ranganna *et al.*, 1983).

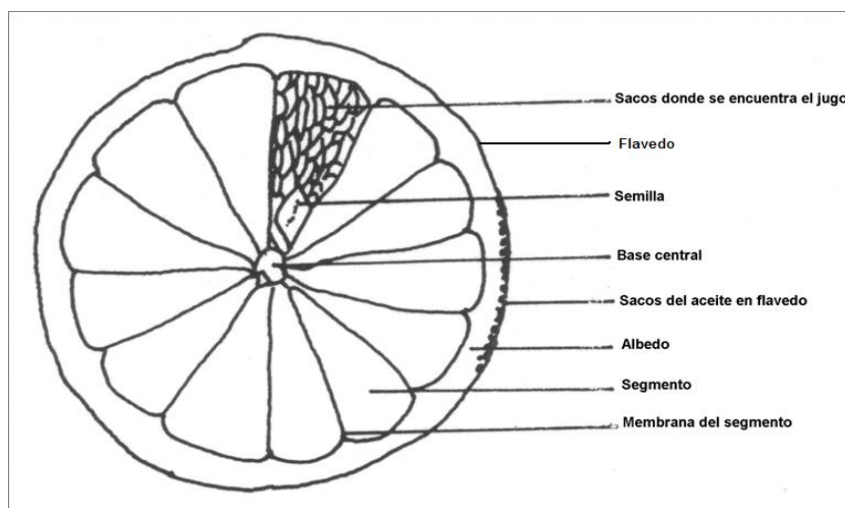


Figura 1. Partes de la naranja (Ranganna *et al.*, 1983).

Las diferentes partes de la naranja contienen compuestos volátiles, enzimas, ácidos, proteínas, lípidos, azúcares, pigmentos y vitaminas. La naranja posee el aroma distintivo de la fruta cítrica debido al lanzamiento continuo de cantidades pequeñas de volátiles a la atmósfera. Cuando la cáscara se somete a altas temperaturas o al abuso físico, se rompen los sacos del aceite y los volátiles se descargan a la atmósfera (Kealey and Kinsella, 1979).

La naranja (*Citrus sinensis* L. Osbeck) debe su aroma a la presencia de diversos terpenoides que se sintetizan en las glándulas que están distribuidas en forma heterogénea en las capas pigmentadas del flavedo (cáscara externa), ver figura 2. Esta contiene aproximadamente 1 ml del correspondiente aceite esencial por cada 100 cm² de cáscara. La cáscara externa forma entre el 8-10 % de la naranja que es donde se encuentran los sacos de aceite (Kealey and Kinsella, 1979).

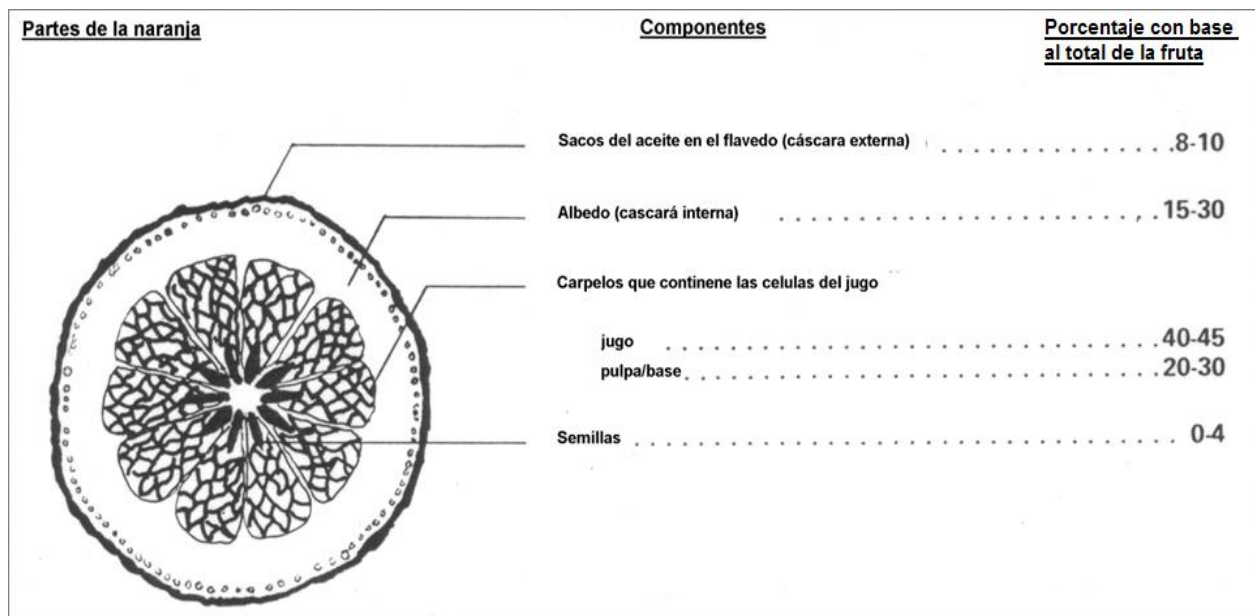


Figura 2. Componentes de la naranja (Kealey and Kinsella, 1979).

Los monoterpenos pineno (figura 3.), carvona (figura 4.), limoneno (figura 5), linalool (figura 6), mirceno (figura 7), son sustancias típicas que se encuentran en los volátiles de diversas frutas como la naranja; dada su estructura química algunos presentan carbonos asimétricos y por lo tanto existen en dos formas ópticamente activas. El limoneno (figura 5) es el hidrocarburo que más abunda en la naranja y en los cítricos en general; el cual es fácilmente oxidable y tiene un umbral de detección de 10 $\mu\text{g/l}$. (Badui, 1993).

Comercialmente, los aceites de cáscara de naranja son extraídos por presión en frío o destilación. La extracción implica romper mecánicamente los sacos del aceite del flavedo y separar el aceite de la emulsión acuosa por centrifugación.

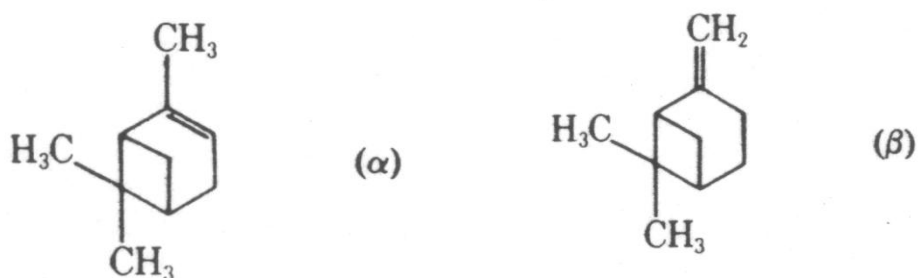


Figura 3. Estructura química del α -pineno y β -pineno.

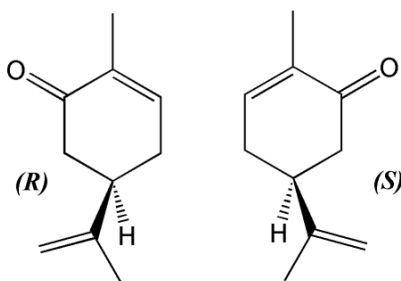


Figura 4. Estructura química de la carvona.

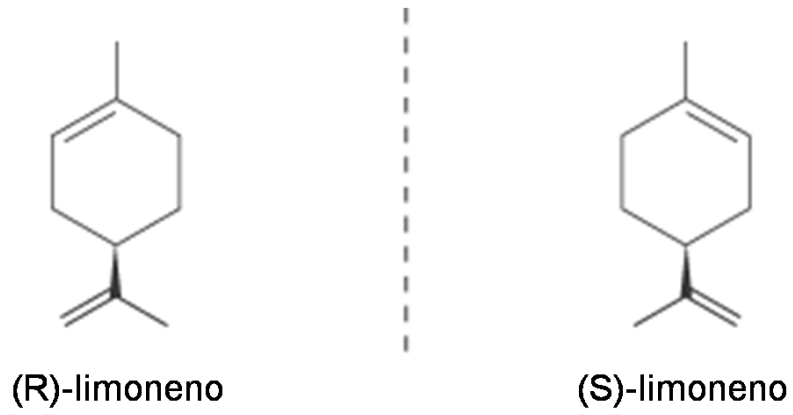


Figura 5. Estructura química del limoneno.

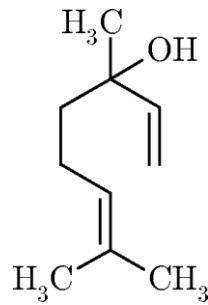


Figura 6. Estructura química del linalool.

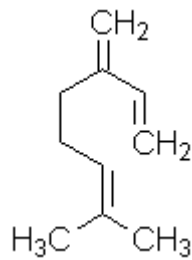


Figura 7. Estructura química del mirceno.

De acuerdo a la Farmacopea (2000) y el Food Chemical Codex (FCC, 1996) existen diferentes tipos de aceite esencial de naranja que son utilizados en la industria alimenticia, farmacéutica, etc.:

- Aceite esencial de naranja, centrifugado:

También denominado oleum auratil o aceite esencial de naranja amargo.

Se obtiene por presión en frío del epicarpio fresco del fruto maduro del *Citrus aurantium* variedad *sinensis*, Linné (Familia: *Rutaceae*) y posterior centrifugación. Es un líquido amarillo claro o de color marrón amarillento con el olor aromático de la naranja de Sevilla, algo amargo. Es miscible con alcohol y con ácido acético glacial. Es soluble en aceites fijos y en aceite mineral. Es levemente soluble en propilenglicol, pero es relativamente insoluble en glicerina. Es afectado por la luz.

- Aceite esencial de naranja, desterpenado:

Se prepara por concentración al vacío del aceite esencial de naranja hasta que se haya eliminado la mayor parte de los terpenos o por medio de la separación con disolventes. Contiene principalmente alcoholes libres (+)linalool y (+)terpinol, con cantidades considerables de aldehídos, en su mayor parte decanal.

- Aceite de naranja, destilado:

El aceite volátil obtenido por la destilación de la cáscara fresca o jugo de *Citrus sinensis* L. Osbeck (Fam. *Rutaceae*) con o sin la previa separación del

jugo, de la pulpa o de la cáscara. Es un líquido amarillo claro que tiene el olor característico de la cáscara naranja fresca. Es soluble en la mayoría de los aceites fijos, en aceite mineral y en alcohol. Es insoluble en glicerina y en propilenglicol.

El aceite esencial de naranja se utiliza para dar sabor y aroma a té, vinos, bebidas no alcohólicas, es uno de los ingredientes básicos en la industria de los perfumes, se utiliza en jabones, desinfectantes y productos similares.

Debido a que el aceite esencial de naranja y en general los aceites esenciales son muy inestables, una manera de estabilizarlos es formando microcápsulas para lo que se requiere el uso de agentes encapsulantes como lo son los almidones modificados.

2.2. ALMIDONES MODIFICADOS.

El almidón es hidrófilo en su forma natural y por consiguiente no tiene afinidad hacia sustancias hidrófobas como las grasas y aceites (Anónimo, 2003).

Almidones de cualquier fuente se componen de dos polímeros, amilosa y amilopectina. El grado de polimerización y el peso molecular de las moléculas naturales del almidón varía por consiguiente radicalmente. Además, varían en la relación de los polímeros de cadena ramificados (amilopectina) a los polímeros de cadena lineares (amilosa), dentro de un tipo dado de almidón y de un tipo a otro. Estos factores, además de cualquier tipo

de modificación química usado, afectan la viscosidad, la textura, y la estabilidad de los almidones (FCC,1996).

Los almidones naturales y modificados, son los polímeros solubles en agua que producen dispersiones, soluciones o geles viscosos en concentraciones bajas y son extensamente utilizados en una infinidad de aplicaciones (Whistler and BeMiller, 1993).

Los almidones modificados son productos del tratamiento de almidones nativos como: maíz, trigo, papa, tapioca, sorgo, etc., con cantidades pequeñas de ciertos agentes químicos, los cuales modifican las características físicas de los almidones nativos para producir características deseables (FCC, 1996).

Los almidones modificados presentan otras propiedades funcionales, por lo que generalmente se emplean más que los almidones nativos en la industria (Hoagland, 1978); estos productos pueden ser modificados para utilizarse como: agentes estabilizadores, emulsionantes, humectantes, espesantes, etc.

El almidón es químicamente modificado por reacciones de degradación suaves o por reacciones entre los grupos oxidrilo del almidón nativo y el reactivo seleccionado.

La elaboración de los almidones modificados normalmente se lleva a cabo por los siguientes procesos (Badui, 1993):

- *Gelatinización*: consiste en gelatinizar el almidón haciéndolo pasar por unos rodillos calientes, para después secarlo; el producto se hincha rápidamente

en agua fría y forma una pasta estable. Este método normalmente se emplea en forma conjunta con otro de naturaleza química para obtener los beneficios de ambos.

- *Hidrólisis por ácidos*: se logran calentando una suspensión al 40% a $< 55^{\circ}\text{C}$ en presencia de HCl o de H_2SO_4 0.1N durante un tiempo que puede variar entre 10 y 20 horas para lograr la viscosidad deseada. Como no se alcanza la temperatura de gelatinización, el ácido sólo hidroliza las regiones amorfas del gránulo y muy poco o nada las cristalinas, por lo que la amilopectina es la más afectada; después se neutraliza con NaOH, se filtra se lava y se seca.
- *Eterificación*: Esta reacción se efectúa a 50°C , con óxido de propileno, el cual forma enlaces éter con los OH del almidón, y alcanza un grado de sustitución de 0.05 a 0.1; esto provoca una reducción en la temperatura de gelatinización y de la tendencia de las pastas a la retrogradación.
- *Esterificación*: esta modificación se lleva a cabo con anhídridos orgánicos e inorgánicos, o con sales ácidas de *orto*, piro y tripolifosfatos, que reaccionan con los OH y forman uniones éster.
- *Enlaces cruzados*: esta reacción es de esterificación pero con dos cadenas unidas por un grupo funcional, como un éster fosfato. Se hace reaccionar una suspensión de almidón con trimetafosfato de sodio o con oxiclورو de fósforo, que establecen enlaces intermoleculares que refuerzan el gránulo.

- *Oxidación*: se efectúa con diferentes agentes químicos, pero el más empleado es el hipoclorito de sodio. La oxidación de algunos OH se hace al azar y da lugar a grupos carboxilo, además de que existe un cierto grado de hidrólisis. Debido a lo voluminoso de dichos grupos, se inhibe, por impedimentos estéricos, la unión de cadenas lineales y por consiguiente la retrogradación.

Los almidones modificados se producen generalmente como polvos blancos o casi blancos, insípidos, inodoros; como gránulos intactos; y si está pregelatinizado (es decir, sujetado al tratamiento térmico en presencia del agua) en forma de escamas, polvos amorfos, o partículas gruesas. Los almidones modificados son insolubles en alcohol, éter, y cloroformo. Si no son pregelatinizados, son prácticamente insolubles en agua fría. Los almidones comienzan generalmente a hincharse a temperaturas entre 45° y 80°, dependiendo del origen botánico y del grado de modificación. Gelatinizan completamente a altas temperaturas (FCC, 1996).

Los almidones modificados se metabolizan de una forma semejante al almidón natural, degradándose en el aparato digestivo y formando azúcares más sencillos y finalmente glucosa, que es absorbida por el organismo. Aportan por lo tanto a la dieta las mismas calorías que cualquier otro carbohidrato. Algunos de los restos modificados no pueden ser asimilados y son eliminados o son utilizados por bacterias intestinales. En general, los almidones modificados son considerados como aditivos seguros e inocuos (Anónimo, 1999)

A demás de su disponibilidad para adquirirlos y de su calidad, los almidones modificados pueden mejorar el proceso de encapsulación, produciendo productos de alta calidad y economía. El almidón modificado N-Lok, es un producto de baja

viscosidad especialmente diseñado para la encapsulación de sabores, grasas, aceites y vitaminas y se caracteriza por su excelente resistencia a la oxidación. (Anónimo, 2003).

2.2.1. Características del almidón modificado N-Lok.

El N-Lok es un producto de baja viscosidad, diseñado para la encapsulación de sabores, grasas, aceites y vitaminas; se caracteriza por su excelente resistencia a la oxidación.

El almidón modificado N-Lok tiene una porción soluble en agua (correspondiente a la amilopectina) y una porción con octenil, que interactúa con la fase oleosa. La fracción del octenil interactúa con el aceite o con los componentes liposolubles y la fracción de la amilopectina se orienta alrededor de las gotas de aceite en la emulsión para protegerlas de la oxidación y re-asociación con otras gotas de aceite. El resultado son polvos secados por aspersion con mejores propiedades de barrera ante la oxidación (Anónimo, 2005). El mecanismo de emulsificación para la protección oxidativa con almidones lipofílicos se representa en la figura 8.

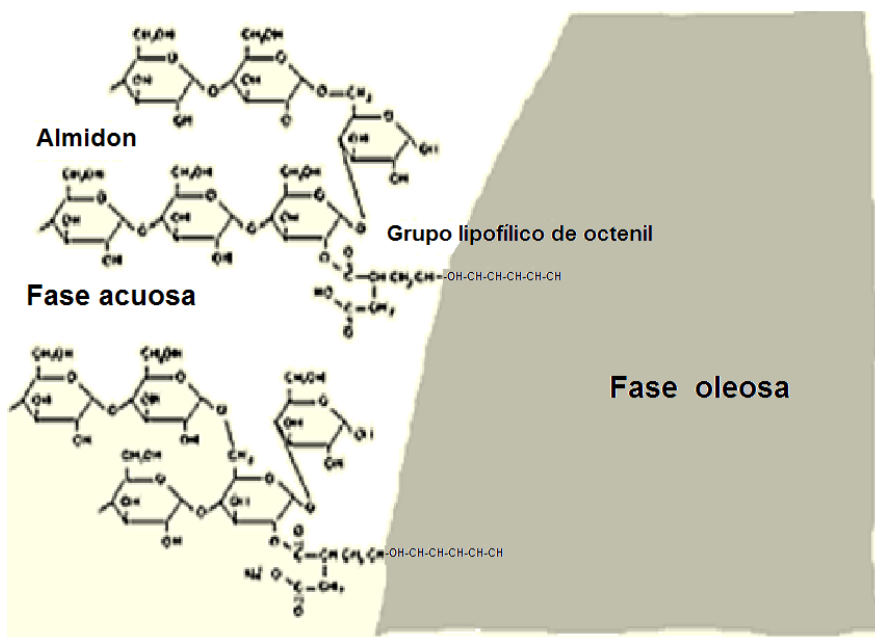


Figura 8. Mecanismo de emulsificación con almidón modificado (Anónimo, 2005).

La baja viscosidad del N-Lok es apropiada para la preparación de emulsiones con alto contenido de sólidos para ser secados. Los productos muestran ciertas propiedades como la formación de una emulsión estable y la formación de una buena película que cubre al producto. Estas propiedades se pierden por lo regular durante el secado con otros agentes encapsulantes, pero al utilizar N-Lok como agente encapsulante, se disminuye la pérdida de éstas propiedades. El polvo seco que se obtiene es estable, la pérdida de componentes volátiles es minimizada y los ingredientes activos son protegidos de la oxidación. El N-Lok es recomendado como un agente encapsulante para una gran variedad de aceites, en particular los que son susceptibles a la oxidación como el aceite esencial de naranja o de limón, para secar vitaminas y una gran variedad de productos como: bebidas, mezclas de especias, etc. (Anónimo, 2003).

2.3. ENCAPSULACIÓN.

La encapsulación o microencapsulación se define (MacNamee *et al.*, 1998) como el revestimiento de líquidos, sólidos o gases con una capa delgada protectora o pared de algún material, la cual inhibe la volatilización del compuesto en cuestión protegiéndolo del deterioro químico. El término microencapsulación utilizado en la industria alimentaria y farmacéutica es sinónimo de encapsulación.

La tecnología de encapsulación o microencapsulación ha sido utilizada por el sector alimenticio por más de 60 años. Dicha tecnología en la transformación de los alimentos incluye el recubrimiento de pequeñas partículas de productos como: acidulantes, grasas y sabores; así como de productos sólidos como: pasas, cacahuates y productos confitados, lo cual se puede lograr por medio de la microencapsulación y técnicas de macro-recubrimiento respectivamente. Específicamente, la microcápsula tiene la capacidad de preservar una sustancia (Kashappa and Hyun, 2005).

El proceso de encapsulación o microencapsulación ha sido aplicada por la industria alimenticia por diversas razones (Kashappa and Hyun, 2005):

1. La encapsulación puede proteger el material contra la degradación reduciendo su reactividad al medio ambiente (e.g. al calor, humedad, aire, y luz).

2. La velocidad de transferencia de evaporación del material al medio ambiente se disminuye.

3. Las características físicas del material original se pueden modificar.

4. El sabor del material puede ser enmascarado.

5. El material puede ser diluido si se requiere en cantidades muy pequeñas, se pueden obtener dispersiones uniformes en soluciones calientes.

6. Puede ser empleado para encapsular componentes separados dentro de una misma mezcla que reaccionaría de otra manera el uno con el otro.

Diversos métodos han sido propuestos en la literatura para la producción de microcápsulas, siendo el secado por aspersion el más utilizado. Este tipo de secado es ampliamente utilizado en la industria de los alimentos ya que es un método efectivo en la encapsulación de diversos materiales. En este proceso (Pisecky, 1987) el material a encapsular es homogenizado con un agente encapsulante; esta mezcla es alimentada al secador por aspersion que es atomizada por medio de una boquilla o disco aspersor, obteniendo el producto encapsulado como un polvo en el separador ciclónico.

El secador por aspersión a pesar de sus ventajas (Brennan *et al.*, 1980), tiene altos costos de fabricación e instalación, además de ser el equipo con mayor relación de volumen ocupado por unidad de producto obtenido.

Debido a los costos de instalación y fabricación del secado por aspersión se han propuesto alternativas de menor costo entre las que se encuentra el secado de lecho por fuente “Spouted Bed”, sobre sólidos inertes, una de las más promisorias (Baracat *et al.*, 2004).

2.4. SECADO POR ASPERSIÓN.

El secado por aspersión se define como la transformación de una alimentación en estado fluido en un producto seco mediante la aspersión de la alimentación en un medio de secado caliente. La alimentación puede ser una solución, suspensión o pasta. El producto seco se obtiene en forma de polvos, gránulos o aglomerados, lo cual depende de las propiedades físicas y químicas de la alimentación, del diseño y condiciones de operación del secador (Masters, 1985).

El secado por aspersión es un proceso que transforma una alimentación fluida en un producto seco en una sola operación (Fliková y Mujumdar, 1987). Los principales componentes de un secador por aspersión son (ver figura 9): un sistema de calefacción y circulación de aire, un atomizador que forma la aspersión (aspersor rotatorio o boquilla), una cámara de secado y un sistema de recuperación del producto (Brennan *et al.*, 1980). El fluido asperjado en forma de gotas entra inmediatamente en contacto con el flujo caliente del medio de secado. El resultado es una evaporación rápida

manteniendo una baja temperatura de aire de secado sin que esto afecte al producto (Mujumdar, 1987).

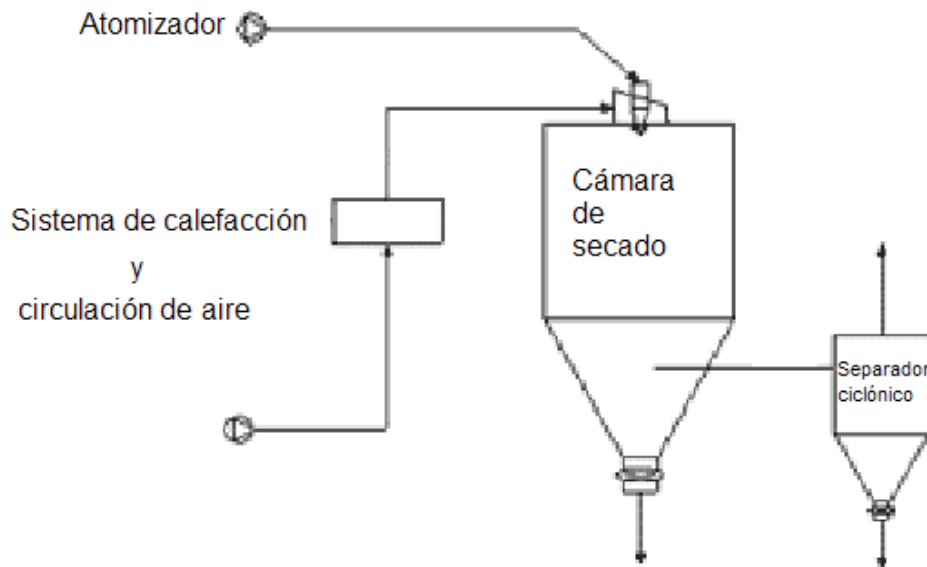


Figura 9. Representación esquemática de un secador por aspersión (Mendoza *et al.*, 2004).

El secado por aspersiones usado para secar diversos productos, como son: productos químicos farmacéuticos, productos lácteos plasma sanguíneo, numerosos químicos tanto orgánicos como inorgánicos, polvos de cerámica, detergentes y otros productos (Fliková y Mujumdra, 1987).

El secado por aspersión se conforma por cuatro etapas de proceso (Masters, 1985):

1. Formación de la aspersión.
2. Contacto aire-aspersión (mezclado y flujo).

3. Secado de la aspersion (evaporación de humedad).
4. Separación del producto seco del aire de secado.

Cada etapa es llevada a cabo de acuerdo al diseño y a las condiciones de operación del secador y junto con las propiedades físicas y químicas de la alimentación, determinan las características del producto seco.

Las principales ventajas de este tipo de secado son los tiempos de secado muy breves (Treybal, 1988). El secado por aspersion permite la producción de grandes volúmenes de manera continua con un equipo relativamente simple; permite que el producto seco entre en contacto con la superficie del equipo, disminuyendo así los problemas de corrosión y por lo tanto la selección de los materiales de construcción especiales; se obtienen productos relativamente uniformes en forma de partículas esféricas sin una pérdida considerable de productos volátiles (Filkova y Mujumdar, 1987).

Las desventajas del secador por aspersion son los altos costos de fabricación e instalación; el gran tamaño de los equipos requiere de estructuras y pantallas de gran costo (Masters, 1985), la utilización de una relación agente encapsulante/producto de secado mayor para el secado de jugos y productos termo sensibles (Gouin, 2004).

4.5. LECHO POR FUENTE.

El spouted bed ha sido ampliamente utilizado en los procesos de secado, representando una alternativa al secado por aspersion para obtener productos de la misma calidad a bajo costo (Corrêa *et al.*, 2004).

El lecho por fuente o spouted bed convencional consiste básicamente en un recipiente cilíndrico o cilíndrico cónico abierto en la superficie, el cual es llenado con partículas de sólidos ($D_p > 1 \text{ mm}$) en el cual, el fluido, que generalmente es aire, es inyectado verticalmente a través de un orificio en la base del recipiente. Si la velocidad de inyección es adecuada provocará una corriente de partículas que ascienden rápidamente a través de una cavidad central o spout formada dentro del lecho de sólidos. Dichas partículas al alcanzar cierta altura sobre el nivel del lecho, la fuente, caen en la región anular y viajan lentamente hacia abajo y en cierto grado hacia el canal central en forma de un lecho flojamente empackado, ver figura 9 (Epstein y Grace, 1984).

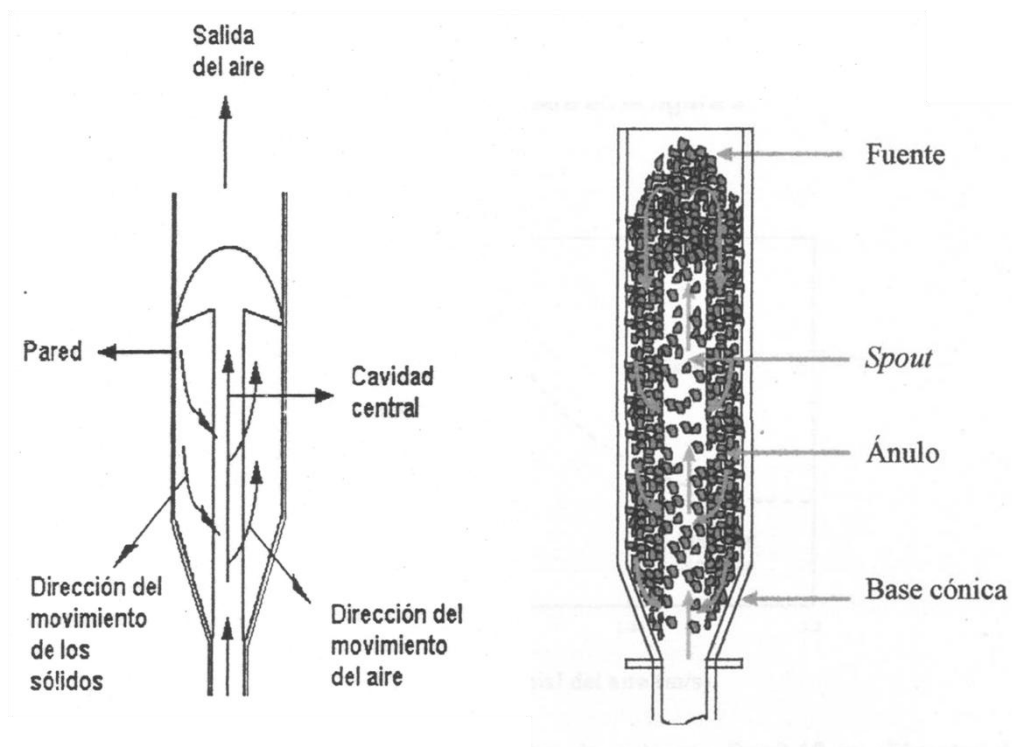


Figura 10. Representación esquemática de un lecho por fuente convencional (Epstein and Grace, 1984).

En el sistema conocido como lecho por fuente o spouted bed, el ducto central es denominado spout y la región anular periférica se conoce también como ánulo. El

término fuente, es utilizado para denotar la zona con forma de sombrilla que se forma por arriba de la superficie del lecho de sólidos. Para incrementar el movimiento de los sólidos y eliminar la presencia de zonas muertas en la parte baja del recipiente, es común emplear una base cónica truncada con inyección del fluido en el vértice truncado (Osorio-Revilla *et al.*, 2004b) de la misma como se muestra en la figura 9 (Osorio-Revilla *et al.*, 2004b).

Mathur y Epstein (1974) estudiaron la hidrodinámica del sistema, el flujo del fluido utilizado para formar la fuente y el fenómeno de formación de la fuente o spouting que se define como el fenómeno que ocurre cuando un chorro de fluido penetra en forma ascendente a un lecho de partículas produciendo con esto una fuente de las mismas en la parte superior del lecho.

Desde su introducción en 1955 (Mathur and Gishler, 1955) esta técnica ha sido utilizada en una gran variedad de operaciones como (Mathur and Epstein, 1974):

- Secado de materiales granulares.
- Granulación.
- Secado de soluciones y suspensiones.
- Recubrimiento
- Desinfectado de granos.
- Mezclado de sólidos.

2.5.1 Secado de suspensiones y soluciones en un lecho por fuente convencional con sólidos inertes.

La utilización de lecho por fuente para la obtención de polvos finos a partir de pastas, suspensiones y soluciones fue desarrollada por investigadores de la ex Unión Soviética en el Instituto Tecnológico de Leningrado (Mujumdar, 1983).

El lecho que se utiliza en este proceso consiste de partículas inertes que absorben el calor del aire caliente mientras viajan por el spout y son lanzadas por arriba del lecho formando la fuente. En el momento en que dejan el lecho y son proyectadas por encima del mismo formando la fuente, son cubiertas por una capa de la suspensión o solución a secar proveniente de una boquilla de aspersión. Estas caen en el ánulo y al sumergirse éste, la humedad se evapora, tomando el calor principalmente de las partículas inertes y del aire caliente que pasa hacia el espacio anular del lecho proveniente del spout. La humedad evaporada es arrastrada por el flujo de aire ascendente en el ánulo. La capa del producto seco permanece adherida a la superficie del sólido inerte hasta que está lo suficientemente seca y quebradiza, momento en el cual se desprende de la superficie del sólido inerte debido a las colisiones entre éstos en el spout y por el cizallamiento presente entre las partículas en el espacio anular. El producto seco liberado de la superficie de los sólidos inertes es conducido a un separador ciclónico donde es colectado en forma de polvo finamente dividido (Mathur, 1971), ver figura 10.

El contenido de humedad que puede obtenerse del producto seco dependerá de las características de la película seca, debido a la velocidad de desprendimiento, aunada a los factores hidrodinámicos. Si la película de un material se vuelve muy frágil cuando

alcanza cierta humedad, entonces el proceso no permitirá el secado de un material por debajo de dicho contenido de humedad (Epstein and Grace, 1984).

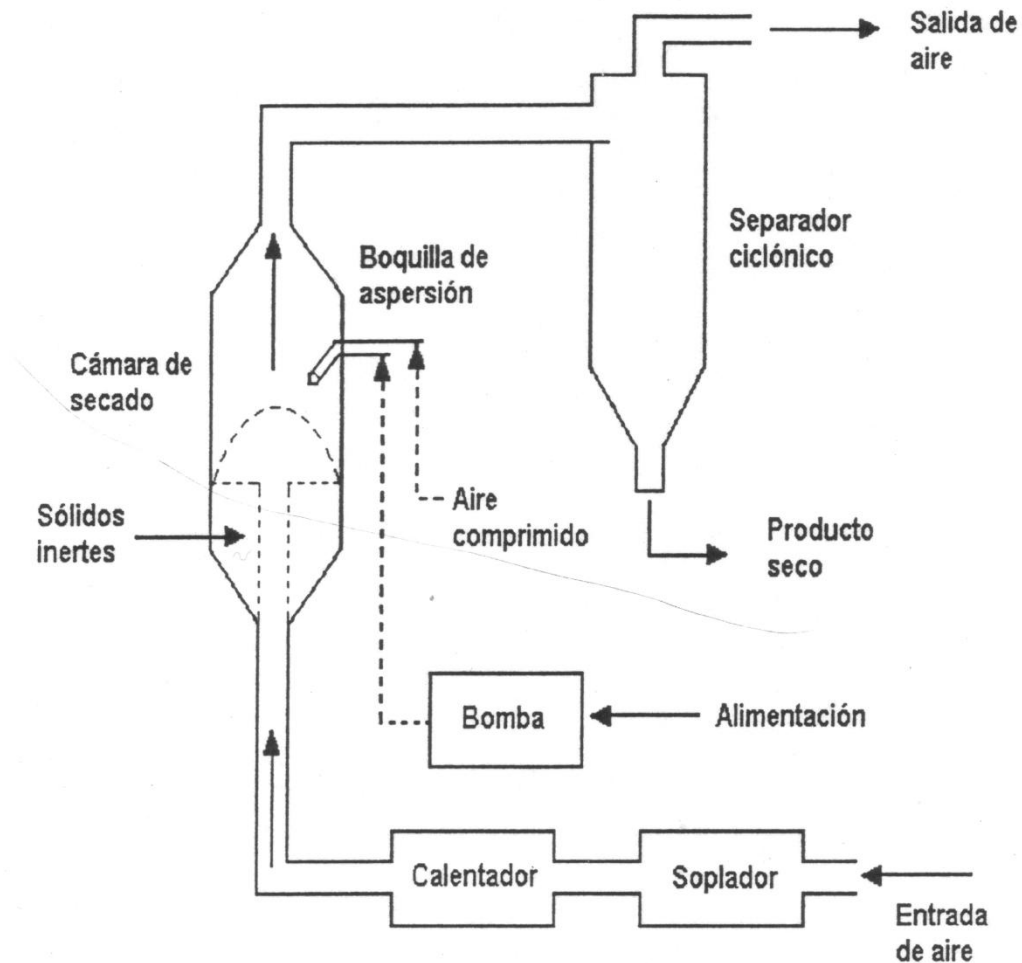


Figura 11. Esquema típico de un secador de lecho por fuente convencional para secado de soluciones y suspensiones (Osorio, 1990).

Para minimizar los costos de energía durante el secado de suspensiones y soluciones es necesario utilizar un equipo simple y compacto de control sencillo, como lo es el

lecho por fuente o spouted bed con lecho de sólidos inertes. (Oliveira and Passos, 1997). Este tipo de secadores posee varias características distintivas, tales como el establecimiento de un movimiento cíclico sistemático de los sólidos, un buen contacto partícula-gas, una simple construcción y fácil mantenimiento. Estas características hacen del secador de lecho por fuente una alternativa muy prometedora de bajo costo al secador por aspersión (Fane *et al.*, 1980). Es importante recordar que éste último es el mismo utilizado en microencapsulación en la industria farmacéutica y de alimentos. Sin embargo, pocos son los informes que están disponibles en la literatura sobre el uso de este equipo para la microencapsulación de aceites esenciales y otros productos. Únicamente se han encontrado dos referencias: los trabajos de Baracat *et al.*, (2004) y recientemente de Marreto *et al.*, (2006) que estudian la aplicabilidad del spouted bed para el proceso de microencapsulación en productos farmacéuticos obteniendo que es un proceso promisorio ya que forma cápsulas con paredes más duras y gruesas lo que reduce la velocidad de liberación del medicamento.

En el caso de Baracat *et al.*, (2004), su estudio se basó en determinar la viabilidad del uso de lecho por fuente con partículas inertes para secar microcápsulas de productos farmacéuticos en un polímero, utilizando indometacina. El carácter morfológico y la recuperación total del medicamento se compararon con el secado por aspersión. Estos autores observaron que se formaban racimos de microcápsulas debido a la coalescencia de éstas y que el tamaño de estos racimos aumentaba conforme aumentaban la altura del lecho. Aunque el recubrimiento total de la indometacina fue de 53.18%, 60.76%, 70.70% conforme aumentaba la altura del lecho, comparada con el recubrimiento que se obtiene con el secador por aspersión (95.65%), concluyen que el encapsulado de indometacina en lecho por fuente es un proceso promisorio para la preparación de microcápsulas de medicamentos.

Un estudio más reciente es el reportado por Marreto *et al*, (2006) quienes evaluaron la encapsulación de productos farmacéuticos en el spouted bed convencional con sólidos inertes, comparando la calidad del producto con productos comerciales. Obteniendo que la calidad del producto obtenido del lecho por fuente es similar al comercial, por lo que al igual que Baracat *et al*, (2004) concluyen que éste proceso es promisorio para obtener productos farmacéuticos de buena calidad.

Cabe mencionar que en ambos trabajos se forman las microcápsulas antes de asperjarlas en el secador de lecho por fuente, esto es hacen una dispersión en agua de un polímero de pectina y caseína a la que se le ajusta el pH, una vez obtenida la dispersión se adiciona el medicamento en una relación 2:1. Las microcápsulas las obtienen reduciendo el pH lentamente; la pared de las microcápsulas se endurece adicionado glutaraldehído.

Si bien no hay reportes de la encapsulación de aceites esenciales en el spouted bed, el fenómeno para la encapsulación es similar al de productos farmacéuticos por lo que partiendo de estos trabajos se puede suponer que al encapsular aceite esencial de naranja se obtendrán resultados similares o mejores que al encapsular aceite mediante secado por aspersion, razón por lo cual se plantea el presente trabajo.

3. JUSTIFICACIÓN.

La encapsulación o microencapsulación en tecnología de alimentos es un proceso novedoso utilizado para solucionar el manejo, almacenamiento y utilización de sustancias aromáticas las cuales son inestables por su volatilidad y reactividad.

El secado por aspersión es quizá el método más antigua de encapsulación utilizada para la preparación de aditivos, en particular saborizantes, ya que es un proceso muy conveniente para el control de las características del producto, como son tamaño de partícula, densidad a granel y contenido de agua. Sin embargo a pesar de sus ventajas tiene altos costos de fabricación e instalación, además de ser el equipo con mayor relación volumen ocupado por unidad de producto obtenido y una baja eficiencia en la utilización de la energía para el calentamiento del aire de secado.

Para cubrir las limitaciones que presenta el secado por aspersión se ha propuesto la utilización del secado de lecho por fuente “Spouted Bed” en el secado de cápsulas preformadas con medicamentos para la industria farmacéutica; pocos son los trabajos que se han reportado al respecto en los cuales han observado que mediante este proceso se produce el fenómeno de agrupamiento de las microcápsulas lo que ocasiona el endurecimiento de éstas produciendo una reducción a la velocidad de liberación del medicamento.

Partiendo de esto el presente trabajo pretende utilizar el spouted bed como una alternativa a la encapsulación de aceite esencial de naranja con la finalidad de obtener un producto con calidad similar o mejor a la obtenida en secado por aspersión.

4. OBJETIVOS.

GENERAL.

Evaluar la aplicación del secador de lecho por fuente en la encapsulación de aceite esencial de naranja como alternativa al secado por aspersion.

ESPECÍFICOS.

- Evaluar el efecto de las temperaturas de entrada y salida del secador y la velocidad de flujo en la eficiencia de retención del producto, por ciento de encapsulación y porcentaje de aceite superficial.
- Caracterizar el producto obtenido determinando humedad, densidad a granel, tamaño de partícula y distribución del tamaño de partícula.
- Establecer la temperatura de entrada y la temperatura de salida, así como la velocidad de flujo del aire de secado más adecuadas para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente.
- Comparar los resultados de encapsulación respecto al obtenido en las mejores condiciones en secado por aspersion.
- Caracterizar cromatográficamente el aceite esencial de naranja antes y después del proceso de secado, de manera de evaluar el efecto de las condiciones de operación en la calidad del producto.

5. MATERIALES Y MÉTODOS.

Los materiales y equipo utilizados se enlistan a continuación.

5.1. MATERIALES.

Material.

- Aceite esencial de naranja.
- Almidón modificado N-Lok.
- Trampas de Clevenger.
- Trampas de Bidwell.
- Reactivos químicos grado analítico de laboratorio.
- Material de vidrio de uso común de laboratorio.
- Partículas de fluor etilen propileno (FEP).

Equipo.

- Secador de lecho por fuente fluidizado construido en la ENCB.
- Secador por aspersion Niro Atomaizer Mobilel minor.
- Manómetros en U.

-
- Manómetros inclinados, con líquido manométrico con densidad de 0.78 g/ml).
 - Anemómetros.
 - Termopares tipo K.
 - Boquilla de aspersión de doble fluido modelo 1/8 JJSS marca SPRYING SYSTEMS Co.
 - Bomba de desplazamiento positivo modelo 714-05 y cabezal marca MICRO PUMP modelo 020-000.
 - Homogenizador Ultra-Turmax M45.
 - Analizador de tamaño de partícula Malvern IM 026 serie 2600.
 - Termobalanza marca OHAUS MB 200.
 - Cromatógrafo de gases Perkin Elmer Clarus 500.
 - Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-5800IV.

5.2. EQUIPO EXPERIMENTAL.

El equipo utilizado en el presente trabajo consiste en un secador de lecho por fuente-fluidizado desarrollado en un trabajo previo (Osorio-Revilla *et al.*, 2004a), el cual se presenta en la figura 11.

El cuerpo del secador está formado por una columna de acrílico de 70 cm de alto, 14.3 cm de diámetro interno, el grosor de la pared es de 6 mm, con una base cónica perforada de acero inoxidable que conduce tanto el aire adicional a través del espacio anular, como el aire para formar la fuente de manera independiente, manejado por

sopladores y válvulas de control. El diámetro del orificio de entrada del aire por el spout tiene una relación D_c/D_i (diámetro de columna a diámetro del orificio) de 7.

Una malla metálica de acero inoxidable de un centímetro de apertura, está localizada en la parte superior del cuerpo del secador y tienen como fin favorecer el desprendimiento del polvo seco de los sólidos y limitar la altura de la fuente a altos flujos de aire por el canal central. El tubo central se encuentra 1 cm por debajo de la superficie del lecho y permite la disminución de la caída de presión originada por el mismo y estabiliza la fuente, evitando el colapso de ésta a altas fracciones mojadas del lecho (Strumillo *et al.*, 1983); este tubo central es de acero inoxidable con diámetro interno de 2.85 cm, longitud de 8.8 cm y un espesor de pared de 1.8 mm, y se encuentra colocado a 5 cm del orificio de la entrada del aire para no interferir con el libre movimiento de los sólidos.

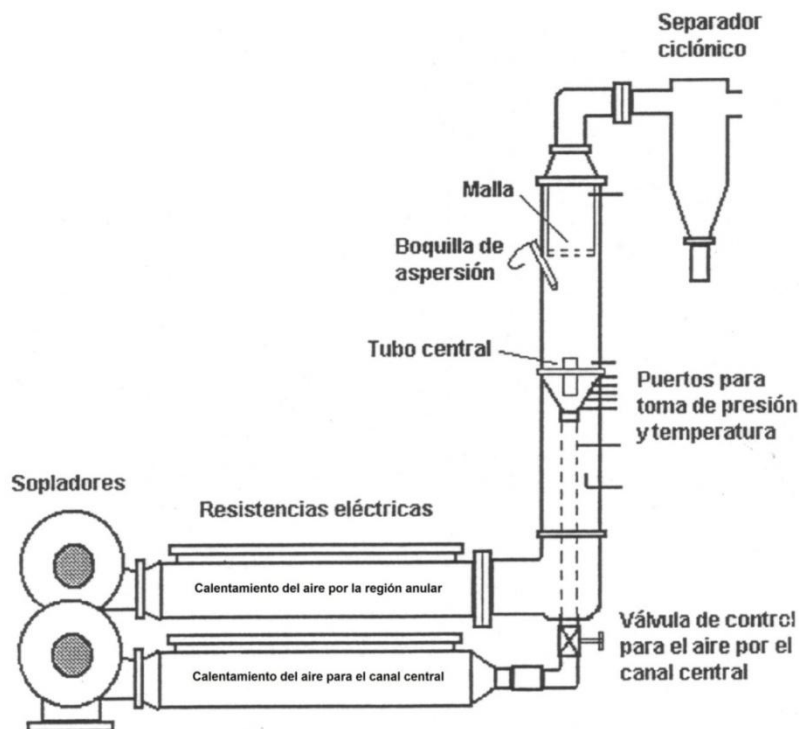


Figura 12. Diagrama del secador de lecho por fuente fluidizado utilizado en el presente trabajo.

La altura del lecho de inertes en este caso fue de un diámetro de columna de 14.3 cm o $H/D_c=1$, que es el mínimo recomendado para la aplicación de las ecuaciones clásicas de hidrodinámica en este tipo de secadores (Mathur y Gishler, 1955).

5.2.1. Sistema de aspersión de la alimentación.

La alimentación de la solución a secar se llevó a cabo con una bomba de desplazamiento positivo modelo 714-05 y cabezal marca MICRO PUMP modelo 020-000.

El gasto alimentado para cada combinación de flujo y presión de aire se registró por medio de rotámetros calibrados con la solución de aceite/N-Lok a secar alimentada a temperatura ambiente.

El aspersor que se utilizó es una boquilla de doble fluido con mezclado interno, modelo 1/8 JJSS de Spraying Systems Co., que forma una aspersión de cono sólido con un ángulo de 13° que dirige el fluido asperjado al centro del lecho justo en la base de la fuente. La boquilla se trabajó a presión de aspersión constante de 0.5 kg/cm^2 , basado en resultados obtenidos en un trabajo previo (Ruíz, 2001).

5.2.2. Lecho de sólidos inertes.

5.2.2.1. Teflón FEP (*fluor etilen propilen*)

El teflón FEP (fluor etilen propilen) es un copolimero fluoro carbonado de Dupont[®] normalmente inerte, es el más inerte de los plásticos aceptado por la FDA como material seguro para ser utilizado en la producción, manufactura, preparación, empaques y transportación de alimentos de acuerdo con la regulación 177.1550 de los Estados Unidos de América. Tiene una completa resistencia a la humedad por lo que no permite el crecimiento de hongos, no sufre cambios al dejarse expuesto al medio ambiente por 20 años; no existen pruebas que demuestren su degradación a rayos UV o pérdida de su fuerza, esto es debido a la estructura de las moléculas del copolimero de tetrafluoroetileno y hexafluoruropropeno, sin aditivos químicos que le proporcionan gran estabilidad (DuPont[®], 2003).

El FEP es químicamente inerte y resistente a disolventes químicos, excepto a algunos compuestos halogenados como el cloro; puede trabajarse a temperaturas desde -204°C hasta 250°C. Tiene propiedades superiores como antiadherente y poca erosión por fricción así como alta resistencia al impacto (DuPont[®], 2003).

Las partículas de FEP utilizadas en este trabajo se muestran en la figura 12. Estas constituyen el lecho de inertes, los cuales se utilizaron con una altura empacada equivalente a un diámetro de columna ($L/D = 1$). La forma tan especial de las partículas (figura 12) es como se expenden al público, ya que son pellets comerciales, los cuales fueron utilizados por su disponibilidad en el mercado.

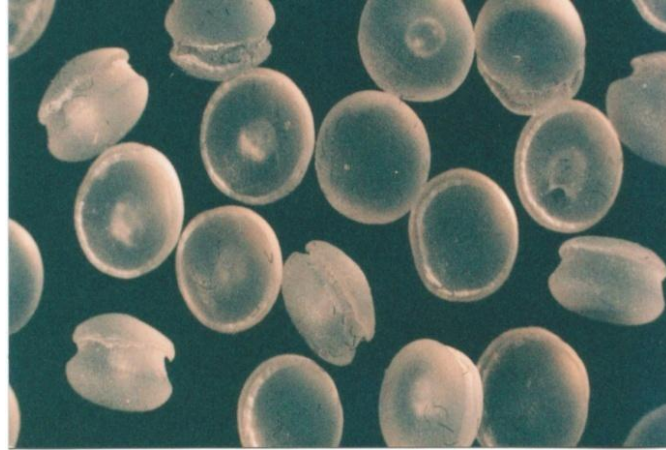


Figura 13. Sólidos inertes.

5.3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El desarrollo experimental propuesto para lograr el objetivo planteado, se resume en el diagrama de bloques de la figura 13.

El secado de la emulsión se realizó tanto en el secador de lecho por fuente-fluidizado “Spout Fluid Bed” como en el secador por aspersion Niro Atomizer Mobilelminor. Estos equipos se encuentran ubicados en el Laboratorio de Equipo Pesado del departamento de Ingeniería Bioquímica de la ENCB.

Los análisis fisicoquímicos tanto de la materia prima como de los productos se realizó en el Laboratorio de Ingeniería de Productos Biológicos del departamento de Ingeniería bioquímica y la Central de Instrumentación-Investigación del departamento de Biofísica de la ENCB.

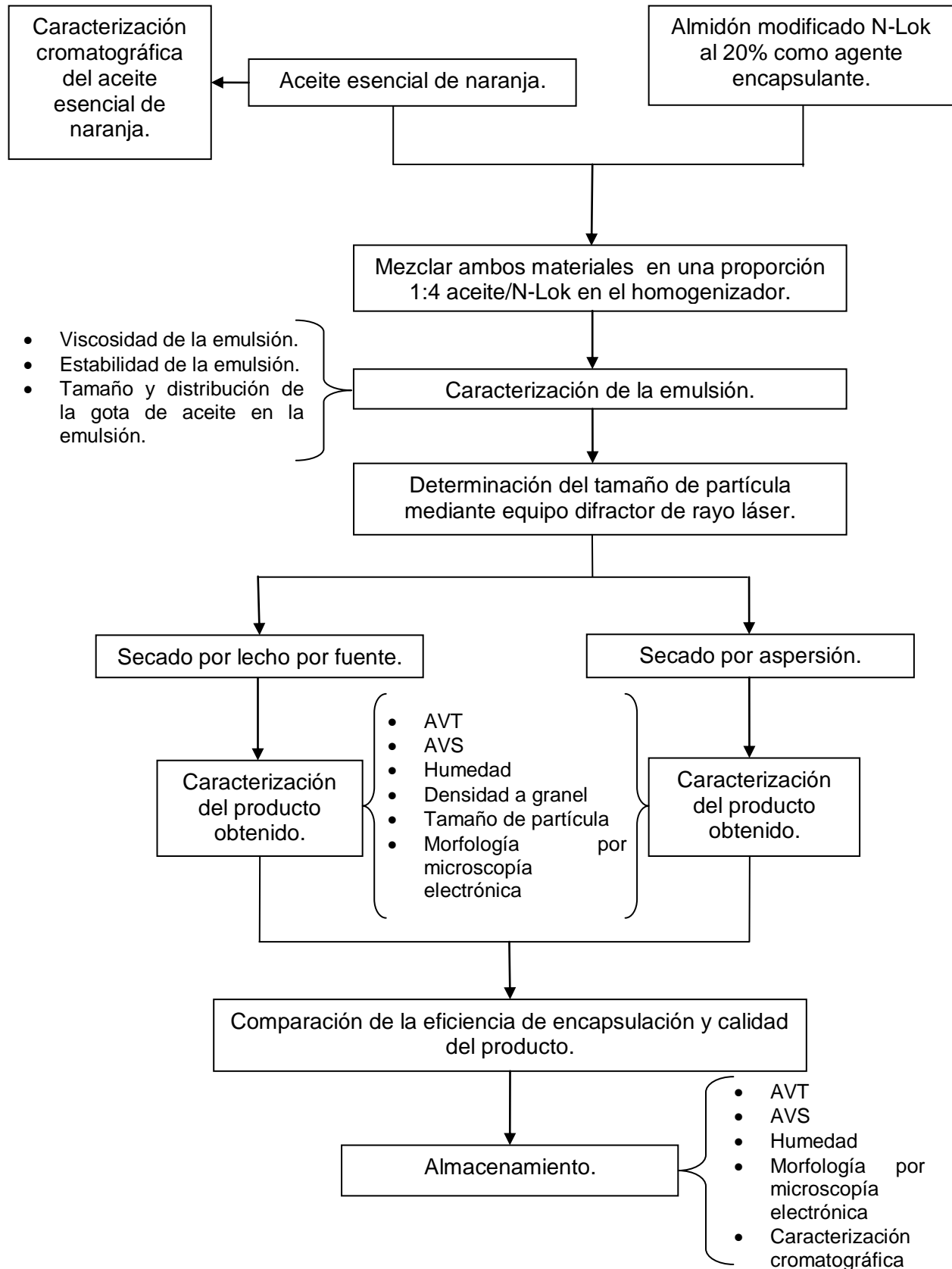


Figura 14. Diagrama de bloques del trabajo experimental.

5.4. MÉTODOS.

5.4.1. Calibración de medidores de flujo del aire por la fuente y el espacio anular.

Estas se determinaron midiendo las diferencias de presión del flujo del aire a través de medidores de orificio conectados a manómetros en U para cada uno de los sopladores; los cuales se calibraron de manera independiente con un anemómetro digital de propela marca Davis Co, modelo turbometer.

5.4.2. Flujos de aire alimentados durante el secado.

Para la medición de estos flujos de aire, se utilizó la velocidad superficial medida con un anemómetro de veleta y el área de flujo correspondiente que para el caso del aire de formación de la fuente fue el área interna del tubo central; para el caso del aire anular se utilizó el área seccional de esa región, obteniéndose de la resta del área seccional del cuerpo del secador menos el área del canal central. Para convertir los flujos volumétricos a masa, únicamente se multiplicó por el valor de la densidad del aire a la temperatura de entrada.

La densidad del aire se obtuvo mediante la siguiente ecuación (Treybal, 1990):

$$\rho = \frac{1}{V_H}$$

Donde:

ρ = densidad del aire.

V_H = volumen húmedo del aire.

5.4.3. Calibración del rotámetro de alimentación.

La calibración del rotámetro para la alimentación se realizó alimentando la emulsión aceite/N-Lok (relación 1:4) a través del rotámetro correspondiente y midiendo el volumen de la solución alimentada por minuto utilizando una probeta y un cronómetro. La alimentación se ajustó a cada marca del rotámetro, tomando la lectura tangente a la parte inferior del flotador.

5.4.4. Caracterización de los sólidos inertes.

Para la caracterización del lecho de sólidos inertes (pellets de teflón FEP), se llevaron a cabo las siguientes determinaciones, las cuales se realizaron por triplicado, los resultados fueron promediados y se obtuvo la desviación estándar de cada una de las pruebas siguientes:

5.4.4.1. Tamaño de partícula.

Se determinó con un cribado selectivo con mallas del número 6, 7, 8, 10 y 12, colectando la fracción retenida en cada malla, obteniendo un diámetro recíproco medio (Zens y Othmer, 1960).

$$dp = \frac{1}{\sum \frac{x_i}{dp_i}}$$

Donde:

dp = diámetro recíproco medio.

x_i = Fracción en peso retenida entre las dos mallas adyacentes.

dp_i = promedio de abertura de las mallas que retienen la fracción x_i .

5.4.4.2. Densidad de partícula.

Se determinó utilizando un picnómetro como lo indica la técnica reportada por Mohsenin (1970). El cual consiste en determinar el peso de un fluido de referencia desplazado por una masa conocida de partículas, el líquido de referencia utilizado fue agua.

5.4.4.3. Densidad a granel de un lecho flojamente empacado.

La determinación de la densidad a granel del lecho, se llevó a cabo determinando la cantidad de masa del lecho para ocupar un volumen conocido utilizando una probeta de 500 ml, a la cual se le adicionó el lecho a flujo lento y libre, sin permitir su compactación. La relación masa/volumen corresponde a la densidad a granel.

5.4.4.4. Porosidad del lecho.

Una vez conocida la densidad a granel y la densidad de la partícula se calculó la porosidad de la siguiente manera:

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{granel}}{\rho_{particula}}$$

Donde:

ε = porosidad del lecho.

ρ_{granel} = densidad a granel de un lecho flojamente empacado.

$\rho_{particula}$ = densidad de partícula.

5.4.4.5. Diámetro de esfera equivalente.

Se tomaron 200 partículas, se pesaron y mediante la densidad de las partículas se pudo determinar el valor del volumen correspondiente a una sola partícula. Suponiendo la forma esférica a cada partícula, se determinó su volumen y el diámetro de esfera equivalente, de acuerdo a las ecuaciones siguientes:

$$V_{esfera} = \frac{\pi D^3}{6}$$

$$\therefore D = \sqrt[3]{\frac{6V_{esfera}}{\pi}}$$

Donde:

V_{esfera} = volumen de la esfera.

D = diámetro de esfera equivalente.

5.4.4.6. Esfericidad.

Se determinó midiendo el diámetro de las circunferencias que tocan los bordes externos e internos de la partícula (figura 14) con un vernier digital y se utiliza la siguiente fórmula, de acuerdo con Mohsenin (1970) para sólidos irregulares.

$$\text{Esfericidad} = \frac{d_e}{d_i}$$

Donde:

d_e = diámetro externo (mm)

d_i = diámetro interno (mm)

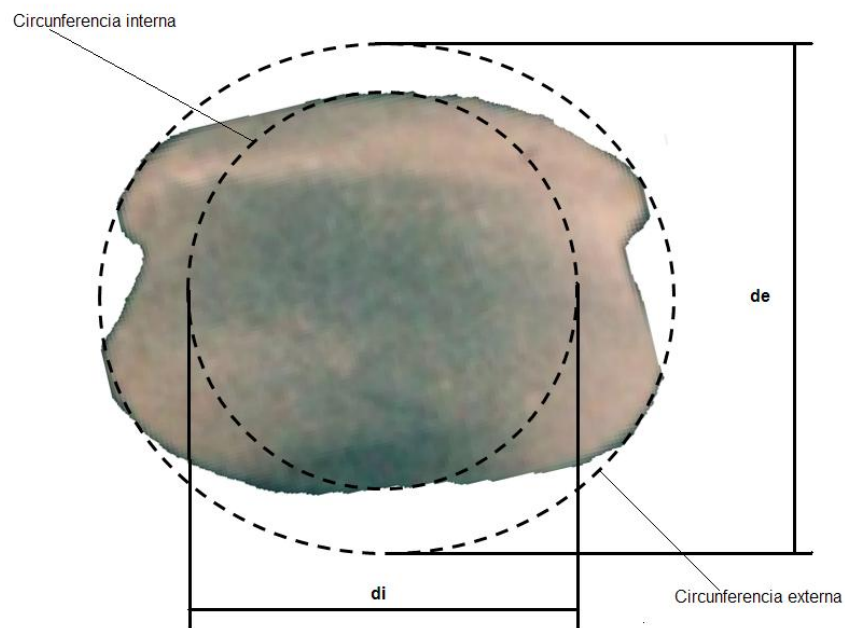


Figura 15. Diámetros internos y externos del sólido inerte que se tomaron para determinar la esfericidad (Mohsenin, 1970).

5.4.4.7. Velocidad mínima de fluidización (U_{mf}).

La determinación de velocidad mínima de fluidización (U_{mf}) se llevo a cabo utilizando una columna de acrílico (14.3 cm de diámetro), provista de una placa perforada como soporte del lecho a través de la cual se alimentó el aire, se colocó una malla fina para evitar que las partículas obstruyeran las perforaciones. Se procedió de la misma manera que para determinar la velocidad mínima de formación de la fuente. Se analizó el comportamiento que tiene la relación de la caída de presión a través del lecho con la velocidad superficial del aire suministrado. Se redujo lentamente la velocidad de aire que entra por debajo del lecho y se midió la caída de presión correspondiente a través del mismo. El valor de la velocidad mínima de fluidización (U_{mf}) fue el punto donde al ir cerrando el flujo, se colapsó el lecho.

5.4.4.8. Velocidad mínima de formación de la fuente (U_{ms}).

La velocidad mínima de formación de fuente de las partículas inertes (U_{ms}) se determinó alimentando aire por el canal central del lecho empacado con las partículas de FEP hasta la formación de la fuente, dejando en operación hasta que se igualaron las temperaturas de entrada y salida del aire. Posteriormente se fue cerrando paulatinamente el flujo de aire y se registró la caída de presión producida así como la velocidad superficial correspondiente. Esto se hizo también con el equipo vacío para poder hacer corrección a los datos obtenidos con el equipo con lecho. La U_{ms} es el valor donde una posterior disminución del flujo de aire produce el colapso de la fuente y por consiguiente, un aumento de la caída de presión, este valor se obtiene gráficamente del promedio entre los dos puntos en donde se marca el aumento de la caída de presión a través de lecho contra la velocidad superficial del aire.

5.4.4.9. Velocidad mínima de formación de la fuente con tubo central (Umst).

La velocidad mínima de formación de fuente con tubo central de las partículas inertes (Umst) se determinó colocando el tubo central encima de la base cónica del secador de lecho por fuente fluidizado, alimentando aire por el canal central del lecho empacado con las partículas de FEP hasta la formación de la fuente, dejando en operación hasta que se igualaron las temperaturas de entrada y salida del aire. Posteriormente se fue cerrando paulatinamente el flujo de aire y se registró la caída de presión producida así como la velocidad superficial correspondiente. Esto se hizo también con el equipo vacío para poder hacer corrección a los datos obtenidos con el equipo con lecho. La Umst es el valor donde una posterior disminución del flujo de aire produce el colapso de la fuente y por consiguiente, un aumento de la caída de presión, este valor se obtiene gráficamente del promedio entre los dos puntos en donde se marca el aumento de la caída de presión a través del tubo central y del lecho contra la velocidad superficial del aire.

5.4.5. Caracterización del aceite esencial de naranja.

La caracterización del aceite esencial de naranja se llevó a cabo tomando como referencia los estándares internacionales vigentes (AFNOR NFT 75-202) mediante la determinación de las propiedades fisicoquímicas mostradas en el cuadro 1.

Cuadro 1. Propiedades sensoriales y fisicoquímicas para aceite esencial de naranja, indicados en los estándares AFNOR NFT 75-202.

CARACTERIZACIÓN	PROPIEDAD	ESPECIFICACIÓN
Caracterización Sensorial	Aspecto	Líquido limpio, fluido
	Color	De amarillo a naranja
	Olor	Característico
Caracterización Física	Densidad (20°C)	0.842 - 0.855 (g/ml).
	Índice de refracción (20°C)	1.4700 – 1.4760
	Rotación óptica	+94° - +99°
Caracterización Química	Residuos a la evaporación	1.0 – 5.0 %
	Compuestos carbonílicos	0.9 – 3.1 %

5.4.5.1. Caracterización cromatográfica.

La caracterización cromatográfica del aceite esencial de naranja se llevó a cabo en el Laboratorio de Instrumentación e Investigación del Departamento de Biofísica de la

ENCB, basándose en la técnica descrita en la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos con clave MAG 0241 (Farmacopea, 2000) y en el método modificado utilizado por Haypek *et al*, (2000). Utilizando un cromatógrafo de gases PerkinElmer Clarus 500 con un detector de ionización de flama (FID) y columna ATm¹ Heliflex.

El aceite a analizar se colocó en viales de cromatografía para ser inyectados a un equipo de cromatografía en fase gaseosa bajo las condiciones descritas en el Cuadro 2.

Se utilizarón estándares externos de:

α -pineno

β -pineno

limoneno

linalool

mirreno

carvona

Cuadro 2. Condiciones de trabajo para cromatografía de gases para la caracterización de aceite esencial de naranja*.

Columna:	AT-1 Heliflex 30 metros x 0.2 mm de diámetro interior 0.1 micras de espesor de película
Detector:	FID (Ionización de flama)
Temperatura de inyector:	200°C
Temperatura del detector:	250°C
Programa de trabajo:	Temperatura inicial 60°C Tiempo de sostenimiento: 3 min. Incremento: 2°C/min hasta 120°C, Incremento: 10°C/min hasta 170°C, sosteniendo 5 min.
Gas/Flujo de columna:	Nitrógeno 1ml/min
Volumen de muestra:	0.5 µl
Split:	100 ml/min

*Método modificado de Haypek et al, (2000).

5.4.6. Preparación de la emulsión aceite esencial/N-Lok.

El agente encapsulante (N-Lok) se reconstituyó con agua desionizada a 50°C a fin de formar una solución al 20% w/w; concentración óptima encontrada por Flores (2001). La solución se preparó y se dejó durante toda la noche a fin de asegurar su completa hidratación. El aceite esencial de naranja se adicionó a la mezcla hidratada para dar la relación en masa de aceite/N-Lok: 1:4 w/w (Bhandari *et al.*, 1992) que es la más utilizada en la mayoría de los trabajos de encapsulación de aceite esencial de naranja. La etapa de homogenización se llevó a cabo en un Homogenizador Ultra Turrax M45 a 10,000 rpm durante 10 minutos, ya que se ha reportado que el tiempo de homogenización arriba de 10 minutos no afecta la eficiencia de encapsulación (Velázquez, 2003).

5.4.7. Caracterización de la emulsión.

La caracterización de la emulsión constó de los siguientes análisis:

5.4.7.1. Determinación de viscosidad de la emulsión.

La viscosidad de la emulsión se determinó utilizando viscosímetro rotacional marca Haake modelo Rotovisco RV20, utilizando un cilindro coaxial con control de temperatura.

5.4.7.2. Estabilidad de la emulsión.

La estabilidad de la emulsión se determinó utilizando muestras por duplicado de 10 ml cada una, colocadas en tubos de ensaye con tapón de rosca y almacenada durante 5 días a una temperatura entre 20-25°C. La aparición de vacuolas de aceite en la superficie o la profundidad del aceite libre formado en su caso, se midió cada 24 horas, para determinar durante que tiempo la solución es estable (Flores, 2001).

5.4.7.3. Determinación del tamaño y distribución de la gota de aceite en la emulsión.

La distribución del tamaño de las gotas de la emulsión del aceite esencial de naranja en la solución de N-Lok, se determinó utilizando un analizador de tamaño de partícula Malvern IM 026 serie 2006, utilizando el lente 63 mm el cual mide el tamaño de partícula en el intervalo de 1.9 – 188 μm , determinando el diámetro de esfera equivalente que es el diámetro de la esfera con el mismo volumen de la partícula (diámetro [D 4,3]). Este equipo está ubicado en el departamento de Alimentos de la ENCB. El cálculo del tamaño de partícula, se basa en la difracción de un rayo láser por las partículas, el cual es medido por el equipo y traducido en una gráfica de tamaños y distribución. Utilizando como disolvente agua, la cual se colocó en la bomba de alimentación, adicionando la emulsión a la cantidad indicada por el equipo como óptimo, circulando la muestra a través de la celda para ser medido por el rayo láser.

5.4.8. Condiciones de operación de las corridas de secado.

Estas condiciones se fijaron con base a los resultados obtenidos por Ruiz (2001) y como resultado de diversas pruebas preliminares como se indica en la sección 6. Las corridas que se realizaron en este trabajo se llevaron a cabo a diferentes temperaturas de entrada del aire por el tubo central, T_i , temperaturas de salida T_o (igual a la temperatura de entrada por el área anular, T_a) y flujos de aire alimentado por el canal central, (en múltiplos de U_{mst}).

Debido a esto las variables que se toman como constantes son las siguientes:

- Altura del lecho 1 H/Dc: 14.3 cm.
- Presión de la boquilla de aspersión: 0.5 kg/cm^2 .
- Concentración de agente encapsulante al 20%w
- Solución de sólidos a secar: emulsión aceite esencial de naranja:N-Lok, con una relación 1:4.
- Aire fluyendo a través del anulo: equivalente a $0.7 U_{mf}$.
- Temperatura de entrada del aire anular (T_a), igual a la temperatura de salida T_o .

El modelo experimental utilizado fue de $4 \times 2 \times 2$ (4 niveles de T_i , 2 de T_o y 2 de V), ver cuadro 3, haciendo por duplicado cada corrida, con la obtención del polinomio de respuesta, en el cual las variables de respuesta fue el por ciento de aceite encapsulado y por ciento de aceite retenido.

Cuadro 3. Condiciones de secado para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado.

Variable	Niveles
Ti (°C)	125, 140, 155, 170
To (°C)	80, 90
V (m/s)	1.2, 1.5 Umst

Ti = Temperatura de entrada del aire de secado.

To = Temperatura de salida del aire de secado.

V = Velocidad de aire por el canal central.

5.4.9. Caracterización del producto encapsulado.

La caracterización del producto encapsulado constó de las siguientes determinaciones:

5.4.9.1. Determinación de contenido de aceite volátil total.

Esta determinación se llevó a cabo siguiendo el método oficial reportado por la AOAC (2000), mediante el uso de trampas de Clevenger para aceites ligeros, tomando 20g de muestra y colocándolos en 150 ml de agua desionizada dentro de un matraz de 250 ml, adicionando cuerpos de ebullición y gotas de aceite de silicón, operando durante 3 horas. El aceite se colectó en la trampa y se midió. El volumen medido se multiplicó por la densidad del aceite esencial de naranja (0.804 g/ml), para calcular el peso del aceite recuperado. La retención de volátiles en el polvo se expresó como porcentaje de los compuestos volátiles originalmente adicionados a la mezcla antes de la emulsificación

con base en la cantidad total de sólidos secos adicionados del encapsulante, este valor se le denominó “eficiencia de retención”.

5.4.9.2. Determinación del contenido de aceite volátil superficial.

Se determinó mediante lavados de 20g de polvo (por duplicado) con 66 ml de hexano. La mezcla se agitó mecánicamente durante 20 min (Bhandari *et al.*, 1992); se filtró y la fase sólida se secó durante 24 h a 25°C. Al polvo resultante se le analizó el aceite volátil total, mediante la técnica descrita anteriormente. La diferencia obtenida entre el aceite volátil total contenido antes y después de la etapa de extracción con hexano por unidad de sólidos secos del encapsulante, se expresó como porcentaje de aceite volátil superficial.

5.4.9.3. Determinación del contenido de humedad.

La determinación del contenido de humedad del producto encapsulado, se llevó a cabo mediante el método de destilación por tolueno descrito por la AOAC (2000), mediante el uso de trampas de Bidwell, tomando 20 g de muestra y colocándolos en 150 ml de tolueno, en un matraz de 250 ml, adicionando cuerpos de ebullición. La cantidad de agua destilada, se midió directamente en la trampa de Bidwell. El volumen medido se dividió entre la cantidad de muestra, expresándose en por ciento.

5.4.9.4. Determinación de la densidad a granel.

La determinación de la densidad a granel del producto encapsulado, se llevó a cabo determinando la cantidad de masa de producto requerido para ocupar un volumen conocido utilizando una probeta de 100 ml, a la cual se le adicionó el polvo a flujo lento y libre, sin permitir su compactación. La relación masa/volumen corresponde a la densidad a granel.

5.4.9.5. Determinación del tamaño de partícula del producto encapsulado

La distribución del tamaño de partícula del producto encapsulado, se determinó utilizando un analizador de tamaño de partícula Malvern IM 026 serie 2006, con un lente 300 mm el cual mide el tamaño de partícula en el intervalo de 5.8 – 564 μm , midiendo el diámetro Sauter que es el diámetro de la esfera que tiene la misma área superficial que la partícula verdadera (diámetro $[D_{3,2}]$). El cálculo del tamaño de partícula, se basa en la difracción de un rayo láser por las partículas, el cual es medido por el equipo y traducido en una gráfica de tamaños y distribución. Utilizando como disolvente hexano, el cual se colocó en la bomba de alimentación, adicionando el producto encapsulado en la cantidad indicada por el equipo como óptima, circulando la muestra a través de la celda para ser medido por el rayo láser.

5.4.9.6. Morfología del producto encapsulado por microscopía electrónica.

Esta se llevó a cabo en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-5800IV. La muestra se fijo con cinta de cobre para ser bañada con oro. La

muestra se coloca en el microscopio electrónico de barrido al vacío para permitir que los electrones viajen sin ser destruidos por la presencia del aire.

5.4.10. Matriz de diseño para llevar a cabo las corridas de secado en secador de lecho por fuente fluidizado.

El proceso de secado se llevó a cabo siguiendo el señalado arrojado por el programa MINITAB 14 como se muestra en el cuadro 8.

Cuadro 4. Orden de realización de corridas en el secador de lecho por fuente fluidizado según el diseño factorial 4x2x2 (a niveles de T_i , 2 de T_o y 2 de V) y una repetición en cada punto.

Corrida	T_i	T_o	V	Corrida	T_i	T_o	V
1	170	90	1.5	17	170	90	1.5
2	170	90	1.2	18	170	90	1.2
3	170	80	1.5	19	170	80	1.5
4	170	80	1.2	20	170	80	1.2
5	155	90	1.5	21	155	90	1.5
6	155	90	1.2	22	155	90	1.2
7	155	80	1.5	23	155	80	1.5
8	155	80	1.2	24	155	80	1.2
9	140	90	1.5	25	140	90	1.5
10	140	90	1.2	26	140	90	1.2
11	140	80	1.5	27	140	80	1.5
12	140	80	1.2	28	140	80	1.2
13	125	90	1.5	29	125	90	1.5
14	125	90	1.2	30	125	90	1.2
15	125	80	1.5	31	125	80	1.5
16	125	80	1.2	32	125	80	1.2

T_i =Temperatura de entrada del aire de secado. T_o = Temperatura de salida del aire de secado.

V = Velocidad del aire por el tubo central en múltiplos de $Umst$.

5.4.11. Comparación del proceso de encapsulación en secado por aspersión y en secado de lecho por fuente fluidizado.

La encapsulación de aceite esencial de naranja mediante el proceso de secado por aspersión se llevó a cabo en un secador por aspersión Niro Atomizer Mobilel minor bajo las condiciones descritas en el cuadro 4, las cuales se encuentran alrededor de las condiciones óptimas obtenidas por Flores (2001) con la finalidad de comparar el producto con el obtenido en la mejores condiciones al secar en lecho por fuente fluidizado.

Cuadro 5. Condiciones de secado para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador por aspersión. Presión de aire para la operación del disco centrífugo 4 kg/cm².

Variables	Niveles
Ti (°C)	220, 200, 180
To (°C)	110, 120

Ti = Temperatura de entrada del aire de secado.

To = Temperatura de salida del aire de secado.

5.4.11. Almacenamiento del producto secado en condiciones óptimas en secado de lecho por fuente fluidizado y secado por aspersion.

El almacenamiento del producto se llevó a cabo en frascos de vidrio con tapa de rosca, a temperatura ambiente en la obscuridad, analizándolos cada quince días por un periodo de 3 meses y medio, determinando humedad, aceite volátil total (AVT), aceite volátil superficial (AVS), para en base a ellos obtener el porcentaje de retención y porcentaje de encapsulación y la morfología de la partícula por microscopía electrónica al inicio del estudio y a los 2 meses y medio.

6. PRUEBAS PRELIMINARES.

Las condiciones de operación inicialmente planteadas para el presente trabajo basadas en los resultados reportados por Ruíz (2001) se muestran en el cuadro 5.

Al operar el equipo en las condiciones de operación propuestas para las corridas de secado, se observó que la diferencia de temperaturas entre la entrada y la salida del aire de secado era muy pequeña para las condiciones más bajas y no se pudo controlar el equipo por lo que se decidió bajar la temperatura inicial de la salida de 85°C por 80°C, para así tener una diferencia de 20°C entre estas temperaturas.

Cuadro 6. Condiciones de secado inicialmente planteadas para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.

Variables	Niveles
Ti (°C)	100, 120 140
To (°C)	85, 90
V (m/s)	1.2, 1.5 Umst

Ti = Temperatura de entrada del aire de secado.

To = Temperatura de salida del aire de secado.

V = Velocidad de aire por el canal central.

De igual manera, en la corrida de secado a 1.5 Umst y 100-90 °C de entrada y salida del aire de secado respectivamente, se observó que el manejo de la temperatura de 100°C no era adecuada; ya que, el equipo no alcanzaba a mantener esta temperatura, y el flujo de alimentación del producto a encapsular era sumamente bajo y complicado

de manejar. Por lo tanto se decidió cambiar la temperatura de 100°C por 110°C, que no presentó problema alguno, para mantenerse, y la alimentación del producto a encapsular se podía controlar; por este motivo se cambio la temperatura de T_i de 120°C a 125°C con el fin de tener un intervalo constante de 15°C entre las temperaturas propuestas. Al llevar a cabo las corridas de secado de T_i 110 a 140 se observó que se presentaba un incremento en las eficiencias de encapsulación y de retención por lo que se decidió aumentar el intervalo de temperaturas de entrada del aire de secado a 155 y 170°C para tratar de encontrar un óptimo, quedando finalmente las condiciones de secado como se muestra en el cuadro 6 (que es réplica del cuadro 3 presentado en el inciso 5.4.8. de la sección de métodos), para tener un modelo experimental de 4x2x2.

Cuadro 7. Condiciones de secado definitivas para la encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.

Variable	Niveles
T_i (°C)	125, 140 155 y 170.
T_o (°C)	85, 90
V (m/s)	1.2, 1.5 Umst

T_i = Temperatura de entrada del aire de secado.

T_o = Temperatura de salida del aire de secado.

V = Velocidad de aire por el canal central.

7. RESULTADOS.

7.1. Calibración de medidores de flujo del aire por la fuente y el espacio anular.

Las curvas de calibración de los medidores de flujo del aire por la fuente y el espacio anular para saber a qué velocidad de aire equivale la caída de presión se encuentran en las figuras 39 y 40 del apéndice 10.1.

7.1. Calibración del rotámetro de alimentación de la emulsión.

La calibración del rotámetro se llevó a cabo para determinar qué cantidad de producto se está alimentando realmente al secador, con la finalidad de obtener posteriormente la capacidad de evaporación de éste, los resultados se presentan a continuación en la figura 41 del apéndice 10.2.

La bomba utilizada pudo manejar estos flujos sin ningún problema, por lo que se decidió dejar la bomba de desplazamiento positivo modelo 714-05 y cabezal marca MICRO PUMP modelo 020-000. La ecuación de regresión fue utilizada en todos los experimentos de secado para conocer la cantidad alimentada de la solución a secar.

7.2. Caracterización de sólidos inertes.

Dado que al llevar a cabo la revisión de trabajos previos a éste, se encontraron diferencias en lo reportado por Alonso (2001) y lo reportado por Ramírez (2006) respecto a las propiedades físicas y dinámicas de los sólidos inertes, se decidió realizar la caracterización de los sólidos inertes así como la determinación de la velocidad mínima de formación de la fuente y de la fluidización siguiendo la metodología indicada en los incisos 5.4.4.1. al 5.4.4.8. de la sección de métodos.

Los resultados obtenidos se presentan en el cuadro 7, en el cual se comparan con los resultados reportados por Alonso (2001) y Ramírez (2006), donde se puede observar que, respecto a la caracterización física, los resultados obtenidos en este trabajo, en general coinciden con los reportados por Alonso (2001) y Ramírez (2006). Sin embargo, las propiedades hidrodinámicas así como las velocidades para U_{ms} , U_{mst} y U_{mf} reportados por Alonso (2001) son considerablemente inferiores a las reportadas por Ramírez (2006) y las obtenidas en este trabajo, estas diferencias pueden ser debidas a errores en el anemómetro usado por Alonso (2001). Por lo anterior en el presente trabajo se uso un anemómetro certificado. Los resultados obtenidos para estos parámetros son muy similares a los reportados por Ramírez (2006) quien los determinó con ayuda de un tubo pitot.

Cuadro 8. Caracterización físicas e hidrodinámicas de las partículas de fluor etilen propilen (FEP) utilizadas como lecho de inertes.

Características	Alonso (2001)	Ramírez (2006)	Este trabajo
Tamaño de partícula d_p (mm)	2.34 ± 0.13	2.59	2.52 ± 0.3
Densidad de partícula (kg/m^3)	2039.6 ± 40.91	2039.6	2038.4 ± 9.61
Diámetro de esfera equivalente (mm)	2.62	2.64	2.75 ± 0.09
Esfericidad	0.76 ± 0.06	0.73	0.71 ± 0.15
Densidad a granel (kg/m^3)	1268.8 ± 25.28	1214	1246.9 ± 3.58
Porosidad del lecho	0.4	0.4019	0.392 ± 0.003
Velocidad mínima para la formación de la fuente sin tubo central (U_{ms}) (m/s)	0.68	0.84	0.842
Velocidad mínima para la formación de la fuente con tubo central (U_{mst}) (m/s)	0.227	0.54	0.554
Velocidad mínima de fluidización (U_{mf}) (m/s)	0.75	0.9	0.91

La figura 16 muestra de igual manera la gráfica de ΔP vs velocidad superficial obtenida para la velocidad mínima de fluidización (U_{mf}) en este trabajo, donde se aprecia que la U_{mf} fue de aproximadamente 0.91, que coincide con lo reportado por Ramírez (2006).

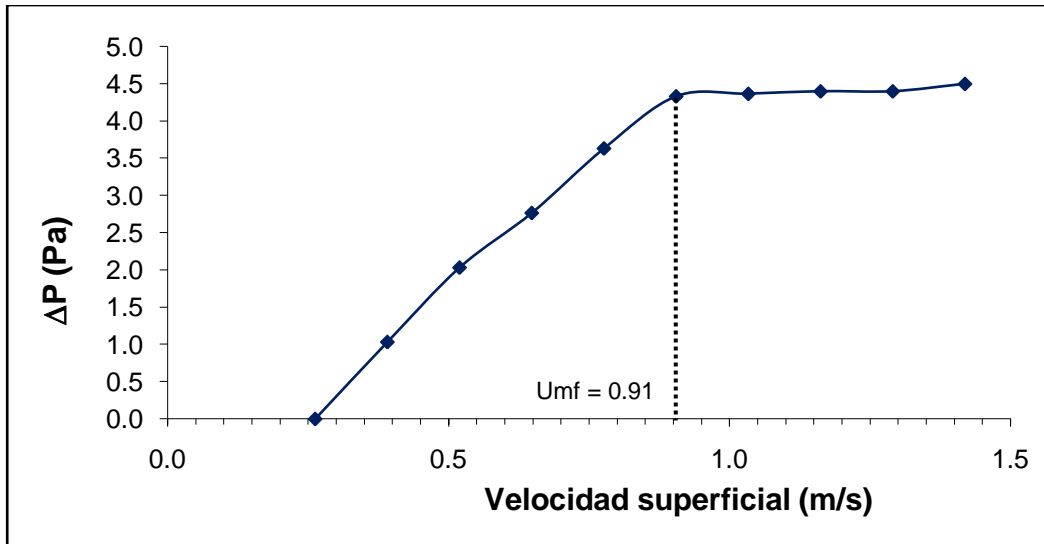


Figura 16. Determinación experimental de la velocidad mínima de fluidización.

La figura 17 muestra la gráfica de ΔP vs. velocidad superficial obtenida en promedio en este trabajo para el lecho por fuente convencional **sin tubo central (Ums)**, donde se puede observar que la Ums fue aproximadamente de 0.842 m/s, que coincide con lo reportado por Ramírez, (2006).

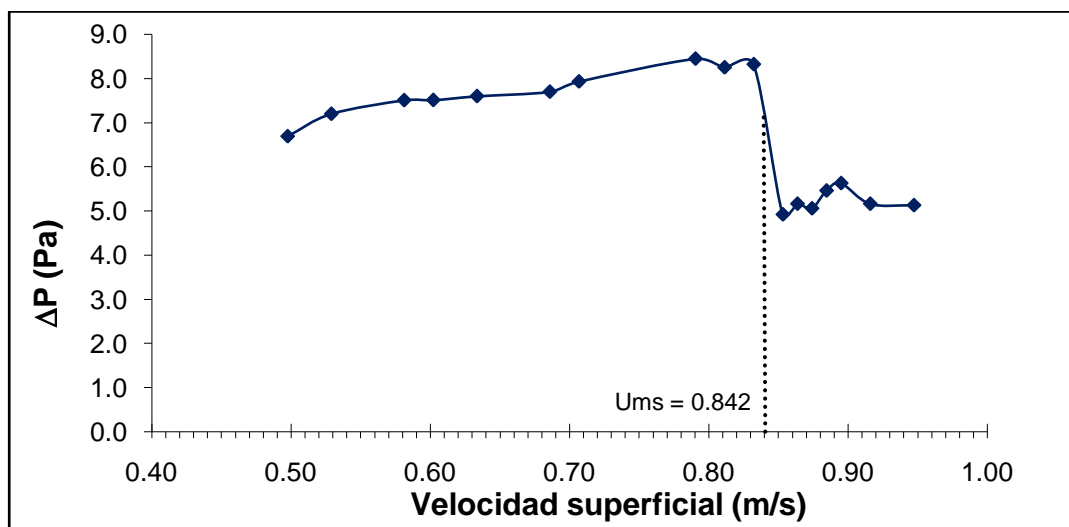


Figura 17. Determinación experimental de la velocidad mínima para la formación de la fuente **sin tubo central**.

La figura 18 muestra la gráfica de ΔP vs. velocidad superficial obtenida en promedio para el lecho por fuente **con tubo central (Umst)**, donde se observa que la Umst fue de aproximadamente 0.554, que de igual manera coincide con lo reportado por Ramírez (2006).

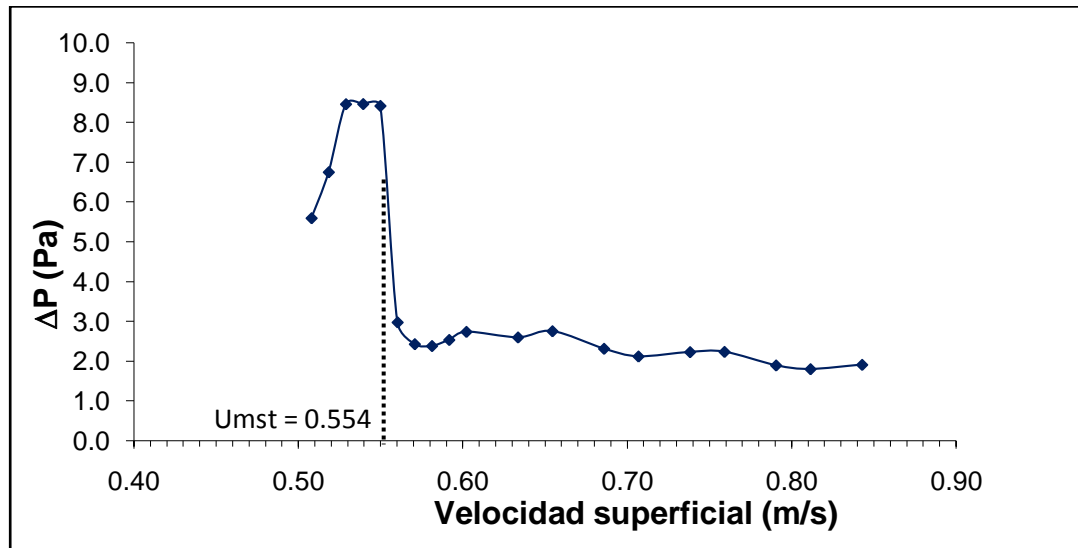


Figura 18. Determinación experimental de la velocidad mínima para la formación de la fuente **con tubo central**.

Por lo anterior, se decidió utilizar los valores de Umst y Umf obtenidos en este trabajo como los representativos del lecho de inertes para determinar el flujo de aire por el canal central equivalente a 1.2 y 1.5 Umst y para el aire adicional por el ánulo equivalente 0.7 Umf.

7.3. Caracterización de la emulsión.

Los resultados de caracterización de la emulsión de acuerdo a los métodos, 5.4.7.1., 5.4.7.2. y 5.4.7.3., se presentan a continuación

7.3.1. Determinación de viscosidad.

La curva de flujo de la emulsión, esfuerzo de corte τ_w , en función de la velocidad de deformación $\left(\frac{dU}{dr}\right)$ en s^{-1} se presenta en la figura 42 del apéndice 10.3., donde se observa un comportamiento pseudoplástico con un cambio rápido a bajas $\left(\frac{dU}{dr}\right)$ y un comportamiento cercano al newtoniano a altas $\left(\frac{dU}{dr}\right)$.

Se llevó a cabo un ajuste exponencial a la ecuación de la gráfica de la figura 19. $\log \tau_w$, vs $\log \left(\frac{dU}{dr}\right)$, para obtener los valores de k y n para la emulsión formada

basándose en la ecuación de la potencia $\tau_w = k\left(\frac{dU}{dr}\right)^n$, la gráfica se muestra en la figura 19, de donde se obtiene un índice de consistencia $k = 0.0469$ y un índice de comportamiento de flujo $n = 0.8888$, quedando la ecuación del fluido como : $\tau_w =$

$0.0469\left(\frac{du}{dr}\right)^{0.8888}$, estos valores indican si es o no un fluido newtoniano, en el caso de la emulsión utilizada en este trabajo estos datos indican que la emulsión es un fluido pseudoplástico (Geankoplis, 1999) ya que el índice de comportamiento de flujo es menor de 1.

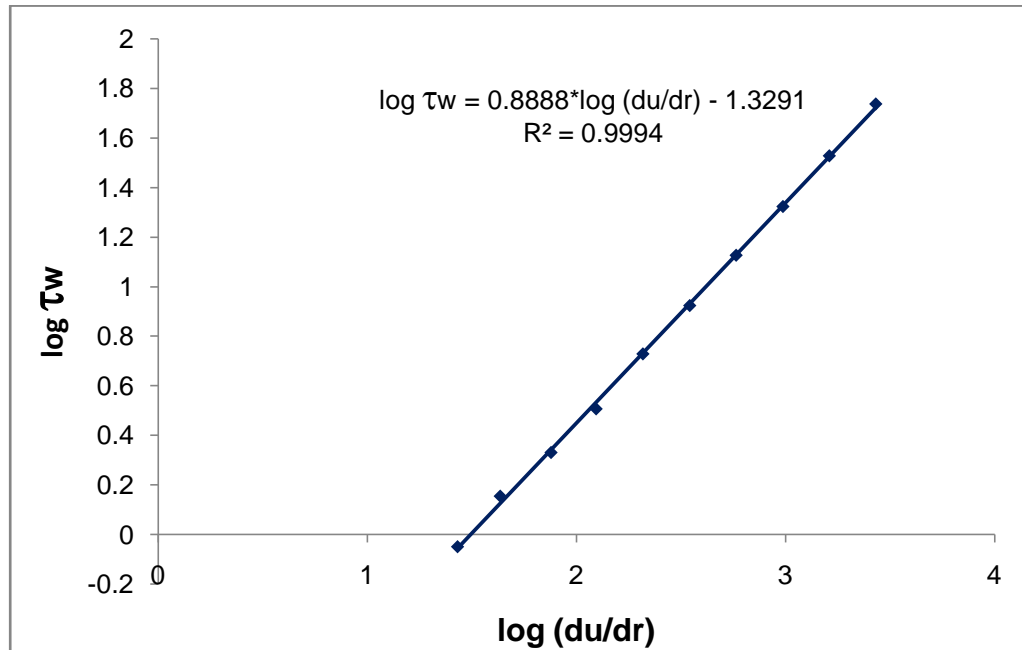


Figura 19. Cálculo de índice de consistencia (k) e índice de comportamiento (n) para la emulsión utilizada.

La variación de la viscosidad con relación a la velocidad de deformación se presenta en la figura 20, donde se observa que al ir aumentando la velocidad de deformación la viscosidad disminuye paulatinamente lo que indica que el comportamiento de la emulsión es de un fluido pseudoplástico. La viscosidad disminuye rápidamente entre 2.5 y los 7.5 s^{-1} , manteniéndose prácticamente constante a 22.5 cp a valores superiores de $\left(\frac{dU}{dr}\right)$.

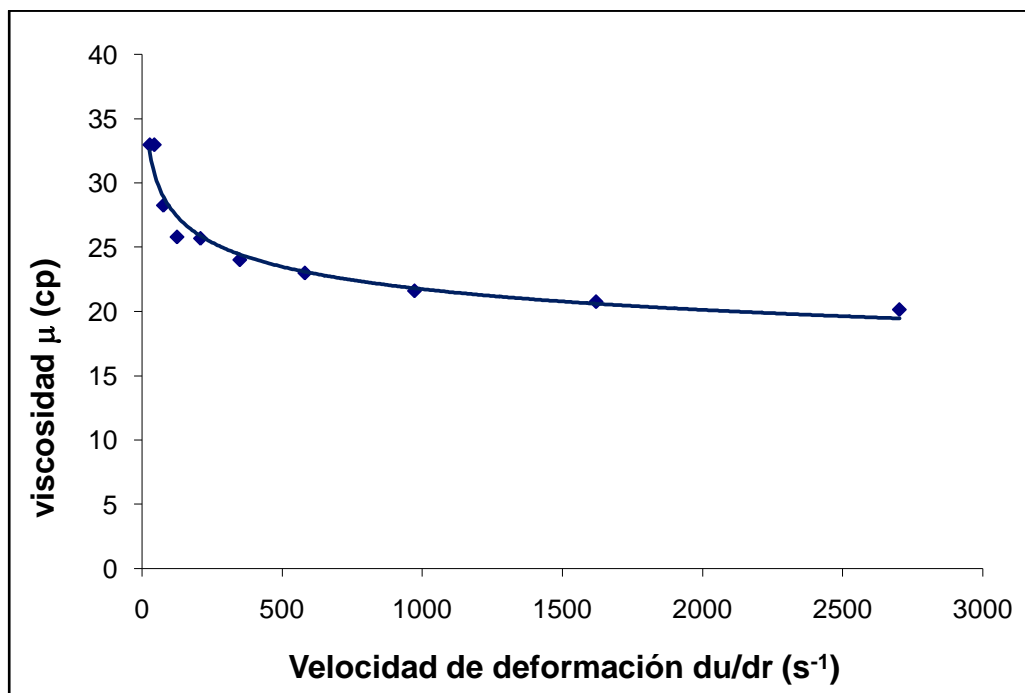


Figura 20. Variación de la viscosidad con la velocidad de deformación de la emulsión formada.

7.3.2. Estabilidad de la emulsión.

La emulsión utilizada (relación aceite/N-Lok 1:4) fue estable por un periodo de 5 días, no observándose separación de fases. A manera de determinar el tiempo de estabilidad de la emulsión, la muestra se mantuvo en observación por un periodo de 10 días, al final del cual se observó una separación de fases. La figura 21 muestra como fue notándose la presencia de vacuolas de aceite esencial de naranja así como la separación de fases.

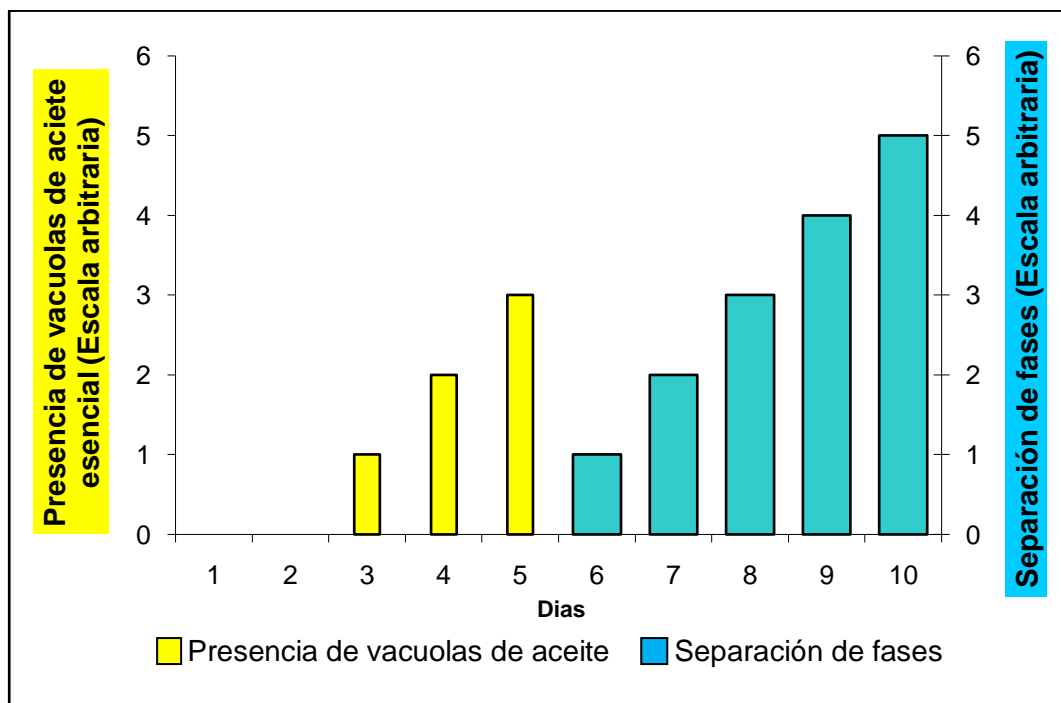


Figura 21. Estabilidad de la emulsión de N-Lok al 20%w y aceite esencial de naranja (relación 1:4)

7.3.3. Determinación del tamaño y distribución de partícula en la emulsión.

La determinación de tamaño y distribución de la partícula de la emulsión se llevó a cabo en el analizador de tamaño de partícula marca Malvern IM026 utilizando el lente de 63 mm, a temperatura ambiente, utilizando como dispersante agua, las mediciones se realizaron por duplicado y el promedio de ambas determinaciones se presenta en la figura 22.

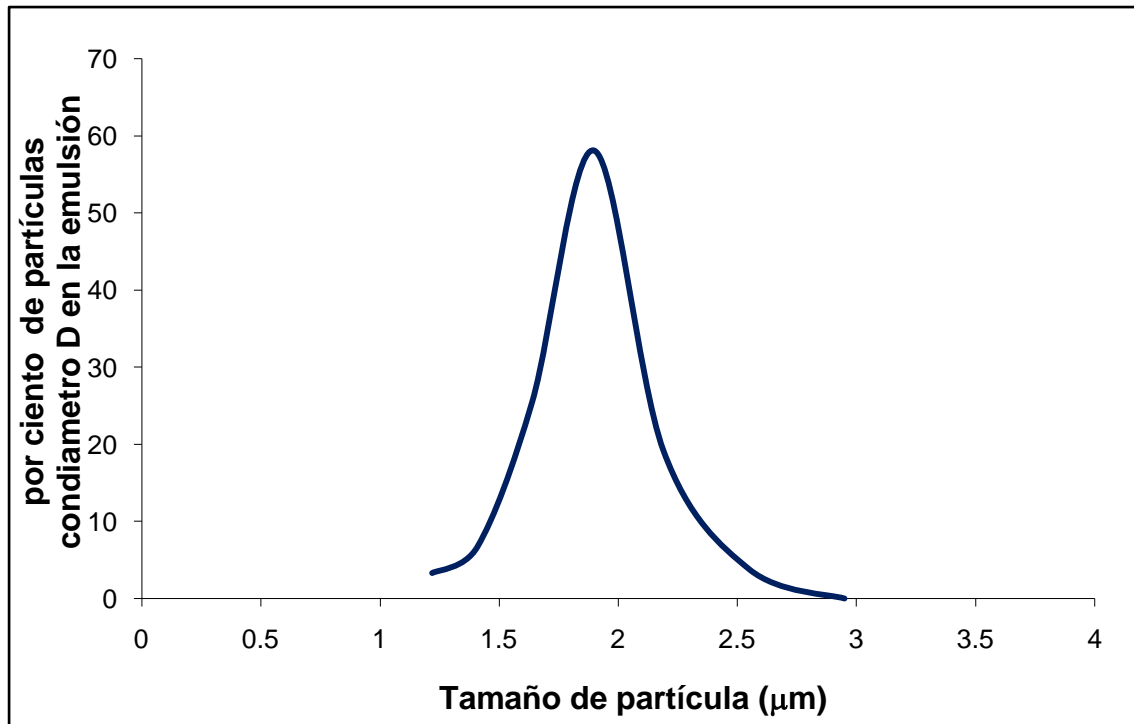


Figura 22. Distribución de tamaño de partícula obtenido para la emulsión aceite N-Lok 1:4

Como se observa en la figura 22, la distribución de tamaños de partícula es muy homogénea ya que se obtiene una campana de Gauss angosta, lo que indica que no hay gran dispersión del tamaño. El tamaño de los glóbulos es muy uniforme, siendo éste de $1.75 \mu\text{m}$ de diámetro de esfera equivalente que es diámetro de la esfera con el mismo volumen de la partícula (diámetro [D 4,3]), de la tabla de resultados del Malvern) calculado por el equipo Malvern IM026.

7.4. Caracterización del producto encapsulado.

Una vez que se llevó a cabo el proceso de secado en el equipo descrito en la sección 5.2, utilizando temperaturas de entrada del aire (T_i) de 125, 140, 155 y 170, temperaturas de salida del aire (T_o) de 80 y 90 y velocidades del aire de flujo de 1.5 Umst y 1.2 Umst, se llevo a cabo la caracterización del producto obtenido, dando los resultados promedio presentados en el cuadro 9 (a), en el cual se incluye la desviación estándar de las réplicas.

De igual manera se llevó a cabo el proceso de secado por aspersión de acuerdo a las condiciones descritas en la sección 4.4.10., los resultados se presentan en el cuadro 9 para ser comparados con el producto obtenido mediante la encapsulación de aceite esencial de naranja por secado en lecho por fuente fluidizado. En el cuadro 9 (b) también se incluyen los resultados de la caracterización de muestras comerciales de encapsulación de aceite esencial de naranja con fines de comparación.

Como se aprecia en el cuadro 9 (a), para el caso de una velocidad de aire de flujo de 1.5 Umst, el aceite volátil total (AVT) aumenta ligeramente conforme aumenta la temperatura de entrada y salida del aire de secado, llegando a un máximo a T_i 155°C y T_o 80°C. El mismo efecto se presenta en el aceite volátil superficial (AVS), por lo que se puede suponer que existe un óptimo alrededor de estas temperaturas. El mismo efecto se aprecia para la velocidad de aire de flujo de 1.2 Umst, observando que el máximo de AVT es a una T_i 155°C y T_o 80°C en cambio para el caso de AVS el máximo se localiza a una T_i de 140°C y T_o de 80°C. Cabe mencionar que a 1.2 Umst de velocidad de aire de flujo se obtiene mayor cantidad de AVT que a 1.5 Umst obteniendo un máximo de éste a 155°C.

Cuadro 9a. Caracterización del producto encapsulado obtenido del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado con sólidos inertes.

Muestra	Ti (°C)	To (°C)	AVT (g/g N-Lok)	AVS (g/g N-Lok)	Humedad %	ρ_{granel} (g/ml)	Tamaño de particular (diámetro sauter) (μm)
1.5 Umst							
1	170	90	0.1187±0.0001	0.0041±0.0002	1.00±0.01	0.36±0.01	50.12±0.20
2	170	80	0.1245±0.0001	0.0041±0.0001	2.00±0.01	0.39±0.01	57.25±0.11
3	155	90	0.1365±0.0030	0.0117±0.0021	1.25±0.25	0.34±0.01	43.86±0.96
4	155	80	0.1399±0.0004	0.0138±0.0002	1.75±0.25	0.35±0.01	51.94±1.45
5	140	90	0.1365±0.0004	0.0020±0.0001	1.25±0.25	0.37±0.01	42.49±0.17
6	140	80	0.1358±0.0001	0.0031±0.0010	2.50±0.01	0.42±0.01	64.87±0.72
7	125	90	0.1298±0.0003	0.0012±0.0008	2.00±0.01	0.36±0.01	34.77±0.08
8	125	80	0.1279±0.0034	0.0004±0.0001	2.50±0.50	0.36±0.01	40.36±0.71
1.2 Umst							
1	170	90	0.1369±0.0026	0.0082±0.0041	1.50±0.01	0.36±0.01	35.26±0.55
2	170	80	0.1373±0.0022	0.0083±0.0002	1.75±0.25	0.38±0.01	39.51±2.13
3	155	90	0.1387±0.0001	0.0082±0.0001	1.00±0.01	0.36±0.01	27.68±0.55
4	155	80	0.1489±0.0004	0.0082±0.0002	0.75±0.25	0.37±0.01	37.39±1.09
5	140	90	0.1412±0.0008	0.0083±0.0001	2.50±0.50	0.35±0.01	41.10±0.93
6	140	80	0.1346±0.0004	0.0093±0.0010	1.75±0.25	0.31±0.01	41.32±0.38
7	125	90	0.1316±0.0026	0.0082±0.0001	1.00±0.01	0.35±0.01	23.00±0.78
8	125	80	0.1301±0.0004	0.0083±0.0002	2.25±0.25	0.37±0.01	43.00±4.13

AVT: aceite volátil total

AVS: aceite volátil superficial

Cuadro 9b. Caracterización del producto encapsulado obtenido del proceso de secado por aspersión y muestras comerciales.

Muestra	Ti (°C)	To (°C)	AVT (g/g N-Lok)	AVS (g/g N-Lok)	Humedad %	ρ granel (g/ml)	Tamaño de particular (diámetro sauter) (μm)
SECADO POR ASPERSIÓN							
1	180	110	0.1747±0.0014	0.0157±0.0032	2.00±0.01	0.37±0.01	22.28±0.26
2	180	120	0.1775±0.0043	0.0177±0.0011	2.00±0.01	0.35±0.01	39.51±1.42
3	200	110	0.1887±0.0029	0.0243±0.0011	2.50±0.01	0.35±0.01	27.62±1.52
4	200	120	0.1946±0.0029	0.0189±0.0021	2.50±0.01	0.31±0.01	28.83±1.26
5	220	110	0.1847±0.0001	0.0296±0.0001	2.00±0.01	0.34±0.01	27.84±0.19
8	220	120	0.1757±0.0043	0.0211±0.0021	2.50±0.01	0.32±0.01	27.66±0.12
MUESTRAS COMERCIALES							
Aceites y esencias			0.0824	0.0129	5.00	0.24	44.87
Partner Taste			0.0889	0.0063	4.00	0.50	40.48

AVT: aceite volátil total

AVS: aceite volátil superficial

Respecto al contenido de humedad, tanto para velocidades de aire de 1.5 Umst y 1.2 Umst, éste se mantiene a un valor de 1 y 2.5% el cual se encuentra por debajo de lo reportado para productos comerciales encapsulados mediante el proceso de secado por aspersión, que es entre 3 y 6% (Bhandari *et al.*, 1992; Flores, 2001 y Velázquez, 2003). El producto es más seco que el obtenido comercialmente por secado por aspersión, lo cual es debido al mayor tiempo de residencia del producto en el equipo que es en promedio de 6.8 minutos (Ramírez, 2006).

La densidad a granel como se puede apreciar no se ve afectada por el cambio de temperatura, manteniéndose casi constante con un valor de 0.37 g/ml aproximadamente para 1.5 Umst y 0.36 g/ml aproximadamente para 1.2 Umst.

Respecto al tamaño de partícula, se tomo el diámetro Sauter ($D[3,2]$) que es el diámetro de la esfera que tiene la misma área superficial que la partícula verdadera. En estos resultados (cuadro 9 (a)) se notan diferencias y aunque existe una tendencia de aumentar conforme aumenta tanto la temperatura de entrada del aire de secado (T_i) y la temperatura de salida de aire de secado (T_o), este comportamiento no es uniforme presentando a veces descensos y a veces aumentos del tamaño de partícula, pero en general es mayor que los obtenidos en las muestras secadas por aspersión. Estos resultados son los esperados, ya que debido al proceso de secado que se lleva a cabo, que involucra colisiones entre las partículas inertes, que aunado a la fragilidad que el producto adherido a la superficie de éstos, el producto liberado y colectado en el ciclón está formado de partículas irregulares, cuyo tamaño no es una función directa de las condiciones de operación, por lo que no se obtienen tamaños de partícula con una tendencia bien definida. Esto se aprecia mejor en la figura 23, donde se presenta un ejemplo de la distribución de tamaño de partícula para un muestra secada en el secador de lecho por fuente fluidizado a una $T_i = 125^\circ\text{C}$, $T_o = 90^\circ\text{C}$ y 1.2 Umst. En ésta se observa que no hay presencia de una campana de Gauss bien definida, sino una campana con dos crestas seguida de una planicie con diámetros grandes que afectan el diámetro medio de la población.

Ahora bien, comparando los resultados de caracterización del producto encapsulado en el secador de lecho por fuente fluidizado con los secados por aspersión, cuadro 9 (b), se puede ver que tanto el aceite volátil total (AVT) como el aceite volátil superficial (AVS) obtenido en el producto secado por aspersión es mayor que en el secado en lecho por fuente fluidizado (27% y 60% respectivamente).

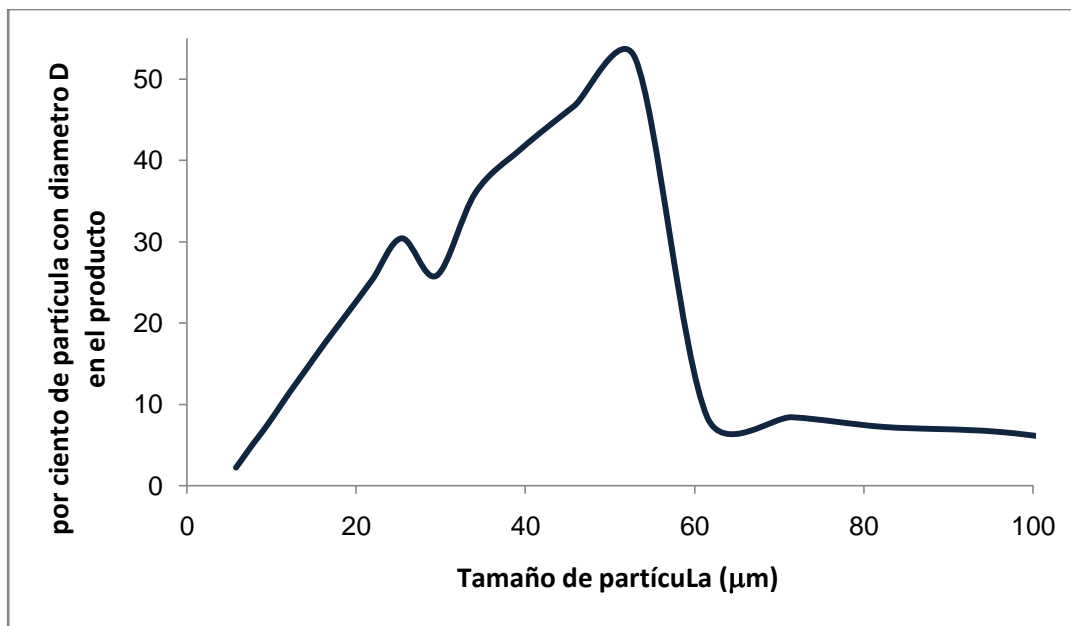


Figura 23. Ejemplo de la distribución del tamaño de partícula obtenida para el producto secado en el secador de lecho por fuente fluidizado a $T_i=125^{\circ}\text{C}$, $T_0=90^{\circ}\text{C}$ y 1.2 Umst .

Respecto al contenido de humedad las muestras secadas por aspersión en este trabajo (cuadro 9 (b)), ésta es ligeramente mayor que el obtenido en las muestras secadas en lecho por fuente fluidizado (2.25% en promedio comparada con 1.7% en promedio). La densidad a granel del producto secado por aspersión se encuentra por debajo (0.34 g/ml comparado con 0,37 g/ml) de los obtenidos en secado en lecho por fuente fluidizado. Respecto al tamaño de partícula, éste es menor que en el producto obtenido mediante el proceso de secado en lecho por fuente fluidizado, que concuerda con lo esperado, ya que como lo menciona Chen y Özkan (2007), en este último tipo de secadores el producto obtenido es de tamaño de partícula mayor que los obtenidos mediante el proceso de secado por aspersión, en los cuales se obtiene un tamaño de partícula más pequeño, debido al diferente mecanismo de secado que se presenta en cada uno de estos secadores (aspersión y secado de partículas sobre los sólidos inertes respectivamente). Esto se aprecia mejor en la figura 24, donde se comparan a manera de ejemplo los tamaños de partícula tanto del producto secado por aspersión y

secado en lecho por fuente fluidizado donde se observa que el producto obtenido en secado por aspersión tiene una dispersión menor, obteniéndose una campana de gauss más angosta que en secado de lecho por fuente fluidizado, lo que indica que se obtiene un glóbulo más homogéneo. En la figura 25 se observan las micrografías electrónicas tanto del producto secado por aspersión (figura 25(a)) y secado en lecho por fuente fluidizado (figura 25(b)) a la misma magnificación (x500). En estas figuras se observa que en secado por aspersión se forman partículas esféricas, alguna de superficie irregular (rugosa) posiblemente debido a fisuras internas de las partículas como lo menciona Ascheri *et al*, (2003). Para el secado de lecho por fuente fluidizado se observan partículas en general en forma de láminas o costras, más gruesas que las obtenidas en secado por aspersión con gran dispersión de tamaño. En el secado de lecho por fuente fluidizado se forman laminillas del producto encapsulado en lugar de glóbulos como en el caso del secado por aspersión. Este fenómeno lo observó también Marreto *et al*, (2006), al secar productos farmacéuticos encapsulados en una solución de pectina y caseína. En la figura 25 se puede observar cómo en la superficie los glóbulos de secado por aspersión (figura 25 (a)) se ven unas pequeñas mancha en la superficie del glóbulo que pertenece al aceite superficial del producto. En el caso de secado de lecho por fuente fluidizado (figura 25(b)) el aceite superficial se ve en forma de zonas cóncavas sobre la superficie de las láminas que se forman, de igual manera, al comparar los dos productos se observa que el tamaño y forma de la partícula es mayor en el secado de lecho fluidizado respecto al obtenido en secado por aspersión, también se observa que el grosor de la pared que se forma alrededor de los glóbulos de aceite esencial de naranja es más gruesa en el secado de lecho por fuente fluidizado (figura 25 (b)) que en el obtenido en secado por aspersión (figura 25 (a)).

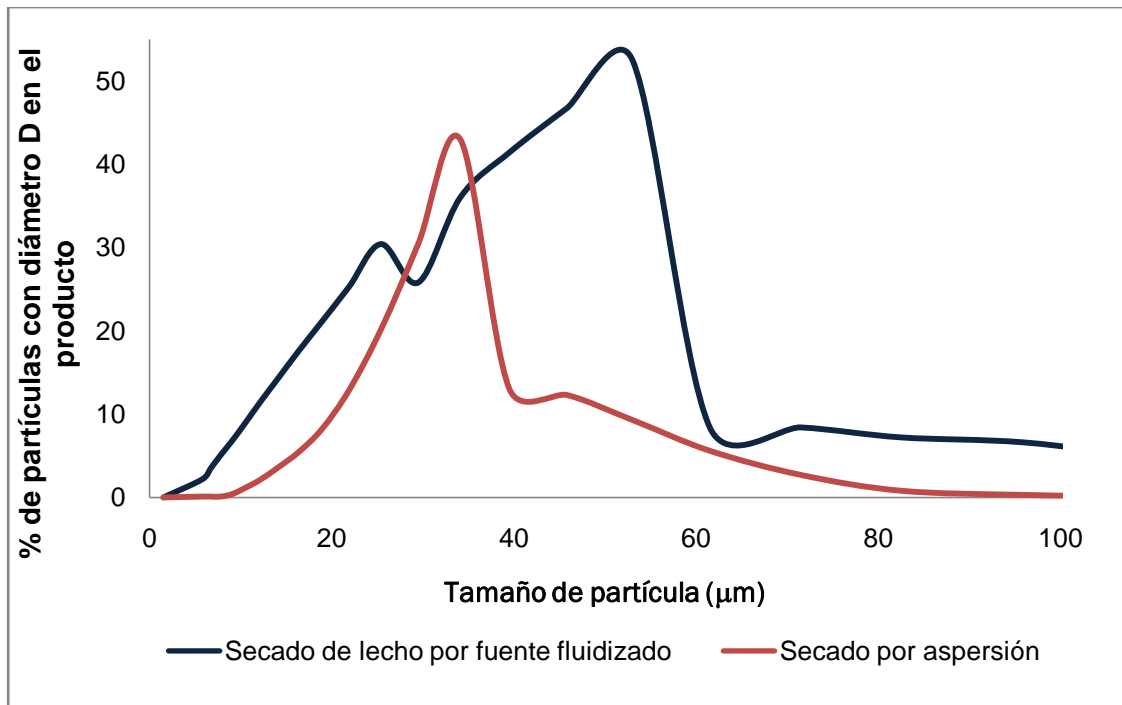


Figura 24. Distribución de tamaño de partícula obtenido para el producto secado por aspersión ($T_i=200^\circ\text{C}$ y $T_o=120^\circ\text{C}$) y secado de lecho por fuente fluidizado ($T_i=125^\circ\text{C}$, $T_o=90^\circ\text{C}$ y velocidad el aire de flujo = 1.2 Umst).

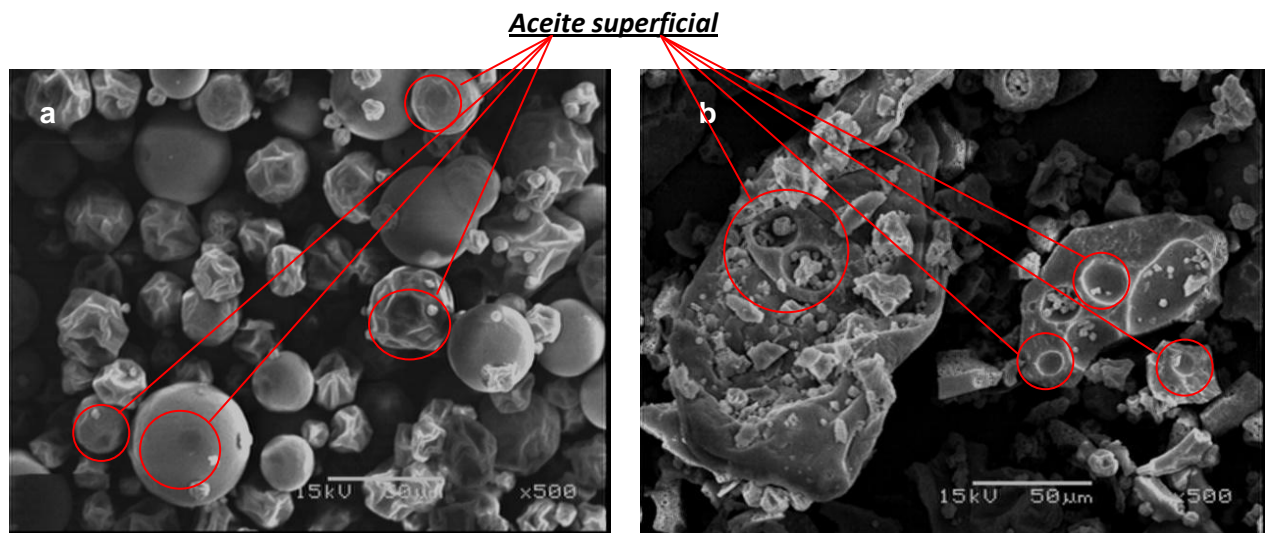


Figura 25. Microscopía electrónica de producto secado por aspersión (a) ($T_i=200^\circ\text{C}$ y $T_o=120^\circ\text{C}$) y secado en lecho por fuente fluidizado (b) ($T_i=155^\circ\text{C}$, $T_o=80^\circ\text{C}$ y velocidad el aire de flujo = 1.2 Umst).

Con los datos de AVT reportados en el cuadro 9 (a), se calculó la eficiencia de retención del aceite esencial de naranja basado en la cantidad de aceite volátil total adicionado antes de encapsular por unidad de masa de N-Lok seco. La eficiencia de encapsulación se calculó con los datos de AVS del cuadro 9 (a), restando esta cantidad de aceite volátil superficial (AVS) a la cantidad de aceite volátil total (AVT) con base al contenido de los sólidos de encapsulante seco, relacionándolo a la cantidad de aceite esencial de naranja que fue adicionado antes de someterse al secador de lecho por fuente fluidizado. Los resultados obtenidos se presentan en la figura 26.

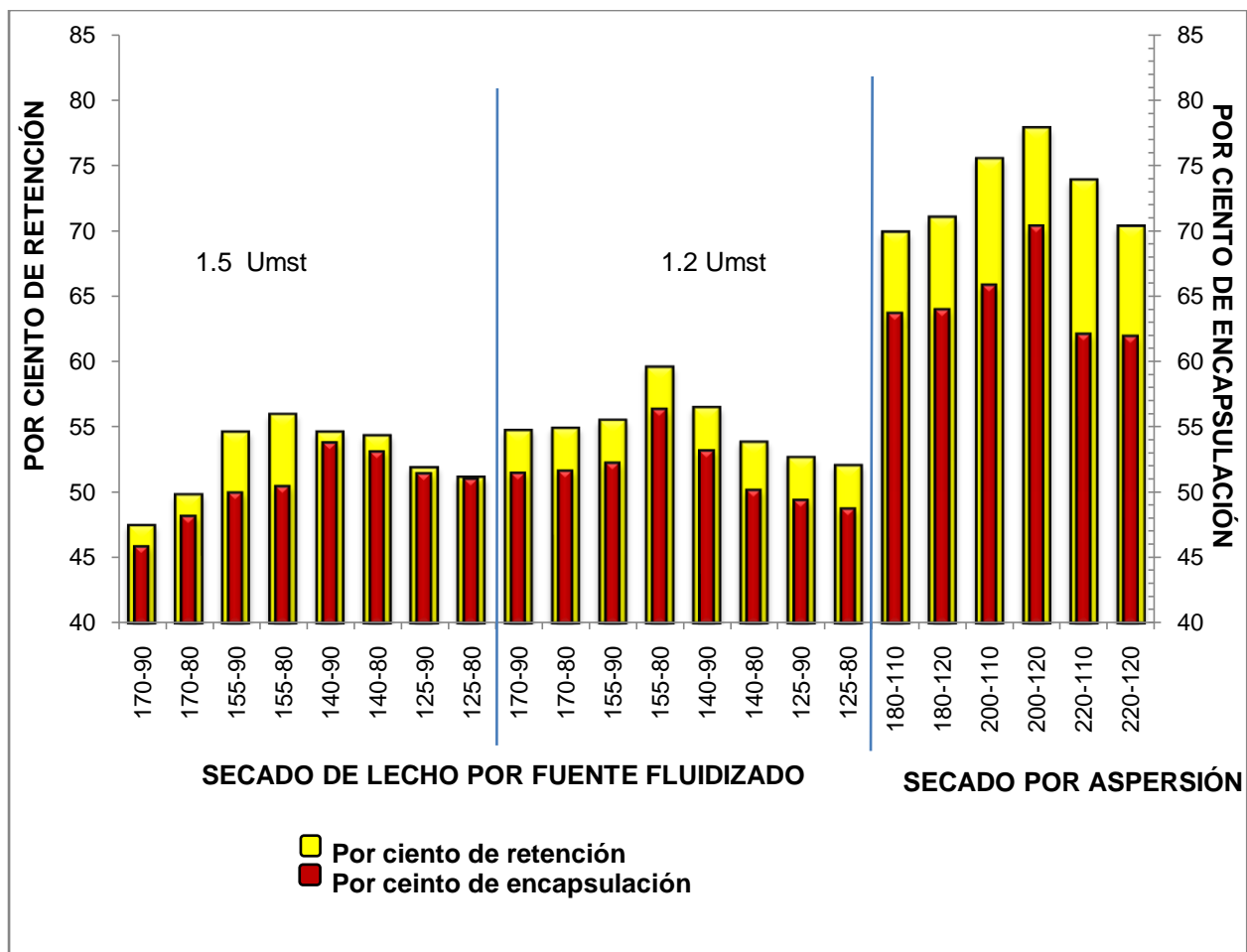


Figura 26. Relación entre eficiencia de retención y eficiencia de encapsulación en función de las temperaturas de entrada y salida del aire de secado para todas las condiciones de operación en el secador de lecho por fuente fluidizado y el secado por aspersión

Como se observa en la figura 26 para el secador de lecho por fuente, la eficiencia de retención va aumentando conforme se aumenta la temperatura de entrada y salida del aire de secado obteniendo que la muestra que presenta la mayor eficiencia de retención (55.97%) a una velocidad de aire de 1.5 Umst es la secada a 155°C de Ti, 80°C de To, sin embargo la muestra que presenta la mayor eficiencia de encapsulación (53.78%) es la muestra secada a 140°C de Ti y 90°C de To. Antes y después de esas temperaturas se ve que tanto la eficiencia de retención como la de encapsulación van disminuyendo, lo que permite pensar que existe una temperatura de entrada y de salida del aire de secado óptimo para obtener las mejores eficiencias. Las muestras secadas a una velocidad de flujo de 1.2 Umst, también presentan un óptimo tanto en el porcentaje de retención (59.57%) como el % de encapsulación (56.30%) a una temperatura de 155°C de Ti y 80°C de To, pero en general ambas eficiencias son ligeramente mayores que para el caso de 1.5 Umst (aproximadamente un 5% mayor para 1.2 Umst)

Si bien tanto la eficiencia de retención como de encapsulación del producto secado en lecho por fuente fluidizado no son tan grandes como las obtenidas en secado por aspersion (de un 47 a 59% de retención y un 45 a 56% de encapsulación en el lecho por fuente fluidizado comparado con 75 a 85% de retención y 65 a 70% de encapsulación para el secado por aspersion), de la cantidad de aceite que es retenido en el producto secado en lecho por fuente fluidizado el 94% en promedio es encapsulado comparado con un 89% en promedio que es encapsulado en secado por aspersion, lo que indica que el proceso de encapsulación en lecho por fuente es mejor en este aspecto que el de secado por aspersion.

Cabe mencionar que ya que el producto secado en lecho por fuente tiene un espesor de pared mucho más grueso que el de las partículas secadas por aspersion como se indico anteriormente (ver figura 25b) puede ser que el aceite se encuentre mejor

protegido. Esto al formar una capa más gruesa esto permite que la liberación del aceite esencial sea más lento como lo indican Baracat *et al*, (2004) y Marreto *et al*, (2006) en la aplicación de este proceso a productos farmacéuticos que requieren que su velocidad de liberación sea lenta, lo que daría al producto una mejor protección. De manera de probar lo anterior se evaluó él por ciento de retención, encapsulación y calidad del aceite esencial de naranja encapsulado (perfil de terpenoides principales y contenido de carvona como producto de oxidación) al producto obtenido en ambos secadores por un periodo de tres meses y medio analizándolos cada 15 días, los resultados se presentan posteriormente en la sección 7.4.3.

7.4.2. Análisis estadístico.

Se llevó a cabo el análisis estadístico utilizando MINITAB 14, con un coeficiente de significancia de $\alpha=0.05$, considerando un diseño factorial completo de $4 \times 2 \times 2$ (4 niveles de T_i , 2 de T_o y 2 de V) con réplica en todos los punto, teniendo como parámetros de respuesta la eficiencia de encapsulación y de retención. Los datos obtenidos se muestran en el cuadro 10.

En el cuadro 10 se presentan para cada una de las variables que según el programa MINITAB 14 deben incluirse en el polinomio de respuesta: los coeficientes no codificados (Coef) utilizados para cada una de las variables y sus interacciones, el error estándar del coeficiente (SE Coef) y la probabilidad (P) que indica que variables son significativas o no significativas. Aquellas variables que están por arriba de 0.05 de P serán no significativas lo que indica que deberían ser eliminadas del polinomio de respuesta ya que sus interacciones con otras variables no afecta el % de retención y de encapsulación del producto obtenido en el secado de lecho por fuente fluidizado. Sin embargo, en el caso de T_i y T_o aunque presentan una probabilidad mayor de 0.05, se

tienen que incluir en el polinomio, ya que el programa no permite que se eliminen términos cuando sus interacciones si son significativas para la construcción del polinomio de respuesta.

Cuadro 10. Coeficientes no codificados de regresión estimados para la obtención del polinomio de respuesta para por ciento de retención y por ciento de encapsulación.

Termino	Coef	SE Coef	P
Por ciento de Retención			
Constante	-272.535	0.4063	0.000
Ti	3.56447	0.3406	0.666
To	0.927675	0.2538	0.368
V	49.4731	0.2538	0.000
Ti*Ti	-0.00836528	0.5711	0.000
Ti*To	-0.00660500	0.3406	0.039
Ti*V	-0.391611	0.3406	0.001
Por ciento de Encapsulación			
Constante	-259.501	0.3788	0.000
Ti	3.04636	0.3175	0.184
To	0.897292	0.2366	0.539
V	81.0358	0.2366	0.021
Ti*Ti	-0.00594722	0.5324	0.000
Ti*To	-0.00628333	0.3175	0.035
Ti*V	-0.575667	0.3175	0.000

Ti=Temperatura de entrada del aire de secado.

To= Temperatura de salida del aire de secado.

V= Velocidad del aire por el tubo central

Si bien el programa MINITAB 14 también calculó todos los parámetros en el cuadro 10 para las interacciones $To*V$, To^2 , V^2 y $Ti*To*V$, no se incluyen en el cuadro 10 ya que el programa los considero no significativos.

Con base a los coeficientes decodificados de las variables indicadas en el cuadro 10, los polinomios de respuesta para la eficiencia de retención (%R) y de encapsulación (%E) de aceite esencial de naranja en el lecho por fuente fluidizado son los siguientes:

EFICIENCIA DE RETENCIÓN (%R):

$$\%R = -272.535 + 3.56447T_i + 0.927675T_o + 49.4731V - 0.00836528T_i^2 - 0.0060500T_iT_o - 0.391611T_iV$$

EFICIENCIA DE ENCAPSULACIÓN (%E):

$$\%E = -259.501 + 3.04636T_i + 0.897292T_o + 81.0358V - 0.00594722T_i^2 - 0.0062833T_iT_o - 0.575667T_iV$$

Derivando el polinomio con respecto a la temperatura de entrada (T_i) del aire de secado e igualando a cero para obtener el máximo, se obtuvo que la temperatura óptima de entrada del aire de secado (T_i) es de 156°C. Debido a que no se pudo derivar respecto a la temperatura de salida (T_o) del aire de secado ni la velocidad del aire de secado (V), ya que ambas presenta una variación lineal como se observa en las superficies de respuesta presentadas en la figura 27 y 28 se tomo como óptima la T_o de 80°C y 1.2Umst como la velocidad del aire de secado óptimo (cuadro 11), ya que en estas condiciones tanto la eficiencia de retención como la de encapsulación presentaron los valores máximos (ver figura 26). En estas condiciones de operación se obtuvo el producto usado para llevar a cabo el seguimiento del producto secado en el secador de lecho por fuente fluidizado durante 3 meses y medio.

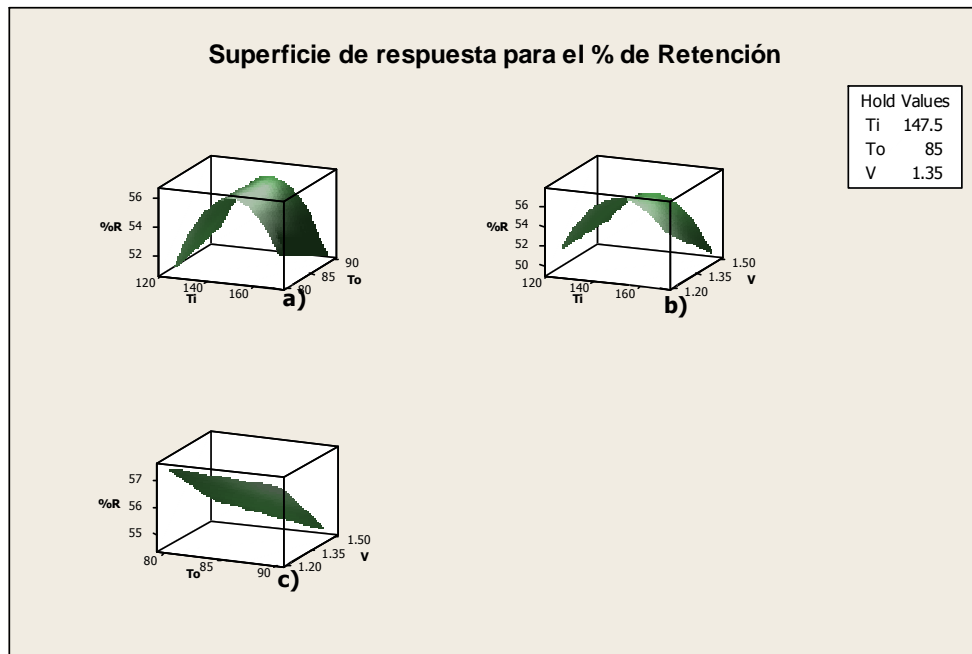


Figura 27. Superficie de respuesta para el por ciento de Retención.

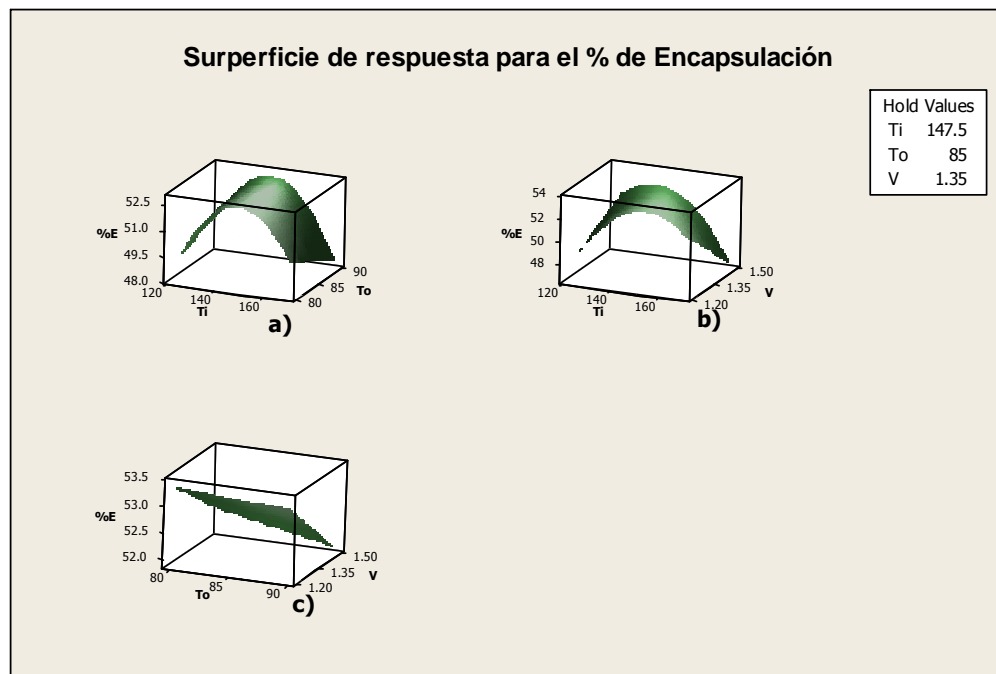


Figura 28. Superficie de respuesta para el por ciento de Encapsulación.

Cuadro 11. Condiciones óptimas para llevar a cabo el secado del producto en lecho por fuente fluidizado y dar seguimiento del producto durante tres meses y medio.

Variable	Valor
T _i (°C)	156
T _o (°C)	80
V (m/s)	1.2 U _{mst}

T_i=Temperatura de entrada del aire de secado.

T_o= Temperatura de salida del aire de secado.

V= Velocidad del aire por el tubo central

En cuanto al secado por aspersión no se pudo hacer el análisis de superficie de respuesta ya que solo son dos variables las que se manejaron en el equipo, por lo que se hizo una regresión con los datos obtenidos, observando que respecto a la temperatura de salida del aire de secado (T_o) se presenta una variación lineal por lo que se decidió utilizar la T_o de 120°C como óptima debido a que en ésta temperatura se obtuvo la mejor eficiencia de retención y de encapsulación del producto. La temperatura de entrada del aire de secado (T_i) como se muestra en la figura 29 presenta una regresión polinomial con un óptimo, por lo que se pudieron obtener los polinomios de respuesta y se pudieron derivar con respecto a T_i, dando como temperatura óptima de entrada del aire de secado 200°C., quedando los polinomios de respuesta como se muestran a continuación, con los coeficientes decodificados.

EFICIENCIA DE RETENCIÓN (%R):

$$\%R = -0.0179T_i^2 + 7.15T_i - 635.4$$

EFICIENCIA DE ENCAPSULACIÓN (%E):

$$\%E = -0.0184T_i^2 + 7.3129T_i - 655.93$$

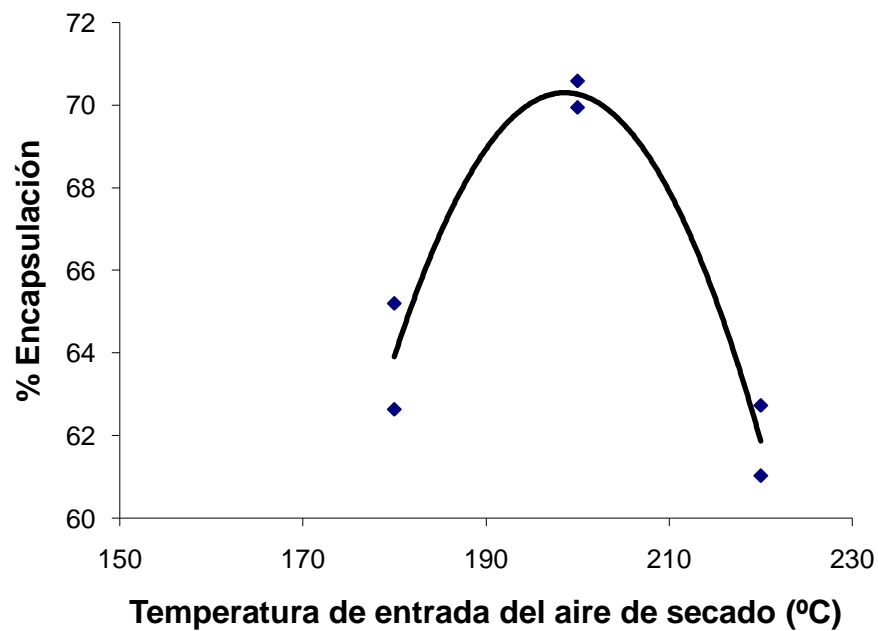
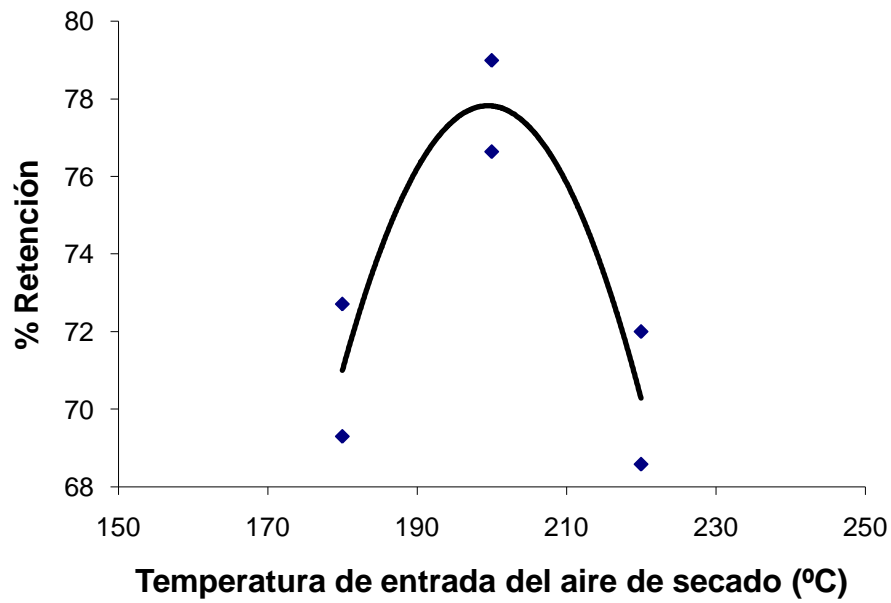


Figura 29. Regresión polinomial de los datos obtenidos para secado por aspersión, para la obtención de los polinomios de respuesta.

Con base a lo anterior se presentan en el cuadro 12 las condiciones óptimas para llevar a cabo el secado por aspersión.

Cuadro 12. Condiciones óptimas para llevar a cabo el secado del producto secado por aspersión y dar seguimiento del producto durante tres meses y medio.

Variable	Valor
T _i (°C)	200
T _o (°C)	120

T_i=Temperatura de entrada del aire de secado.

T_o= Temperatura de salida del aire de secado.

A manera de ver la precisión con los que los polinomios de respuesta tanto para secado por aspersión como para secado de lecho por fuente fluidizado, representan los datos experimentales, se compararon los valores experimentales obtenidos en las diferentes condiciones de operación con los calculados por cada polinomio tanto para el por ciento de retención como de encapsulación. Las figuras 30, 31, 32 y 33 muestran esta comparación en los cuales se puede observar que los resultados que arroja el polinomio de respuesta están dentro de un intervalo de confianza de un 3% para el caso de secado en lecho por fuente fluidizado y de un 5% para secado por aspersión, comparados con los obtenidos experimentalmente. Los datos con los que se construyeron se muestran en los cuadros 16 y 17 del apéndice.

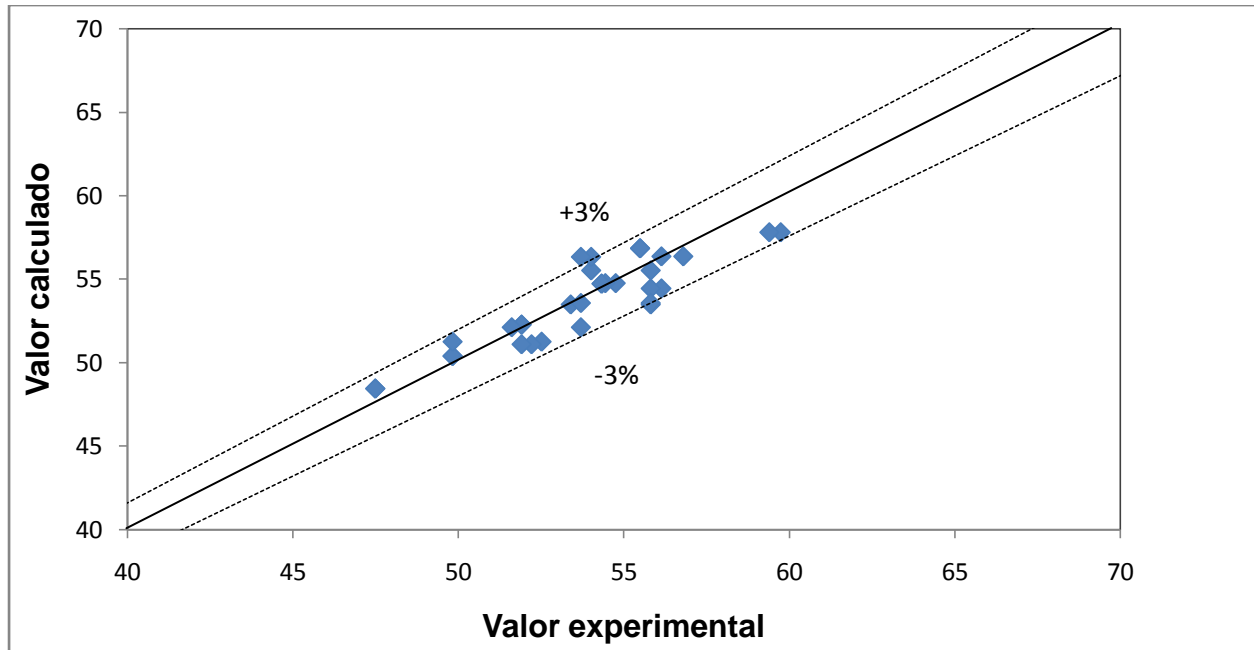


Figura 30. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de retención (%R) del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado.

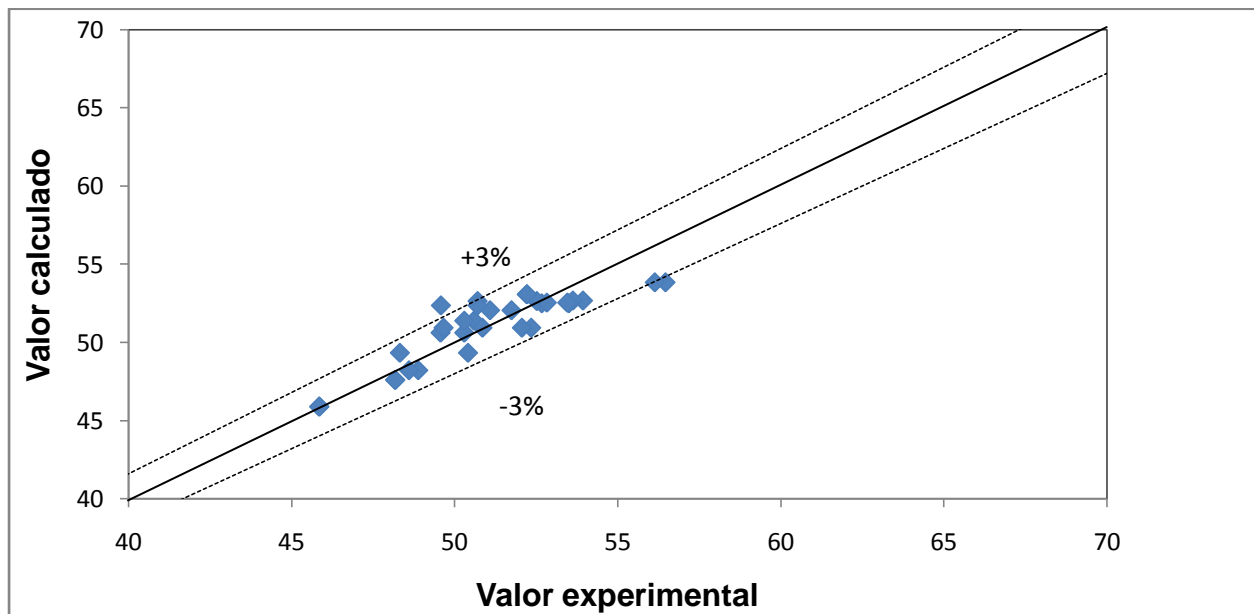


Figura 31. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de encapsulación (%E) del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado.

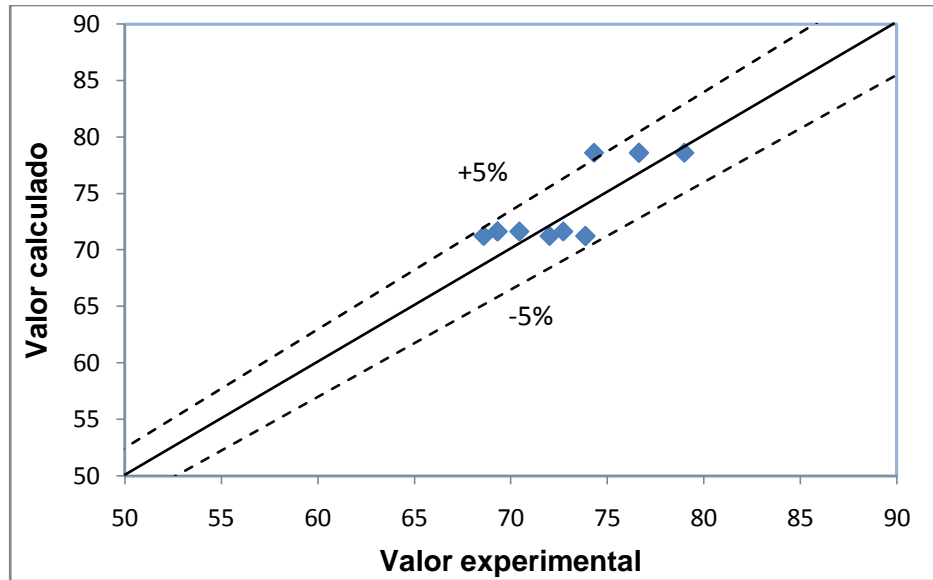


Figura 32. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de retención (%R) del proceso de secado por aspersion.

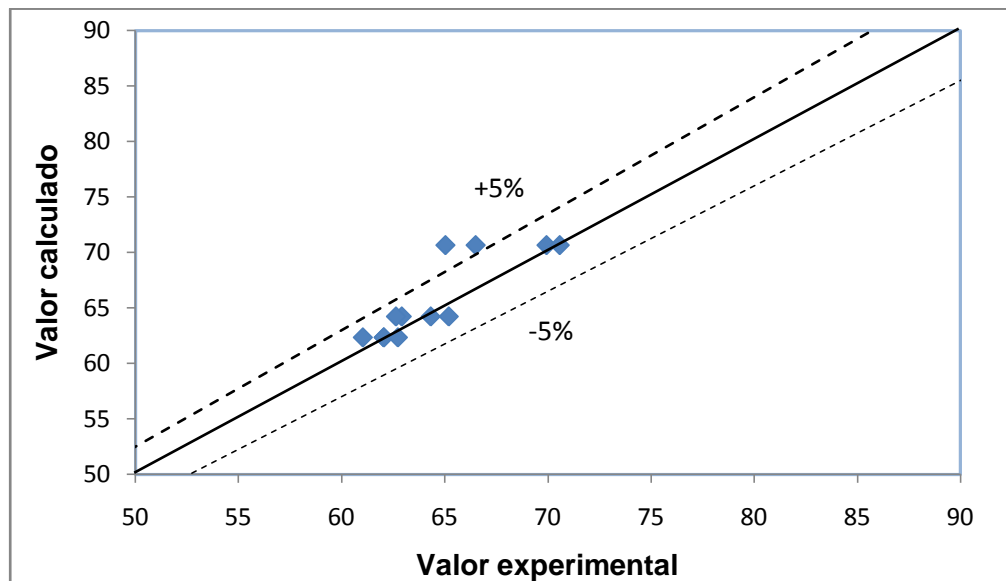


Figura 33. Comparación de los valores calculados con el polinomio de respuesta y los resultados experimentales para el por ciento de encapsulación (%E) del proceso de secado por aspersion.

7.4.3. Seguimiento de la calidad de los productos secados por aspersión y por lecho por fuente fluidizado bajo las condiciones óptimas de secado.

El seguimiento del producto se llevó a cabo durante tres meses y medio almacenando el producto en frascos de vidrio con tapas de rosca, a temperatura ambiente y en la obscuridad, analizando cada quince días el producto secado en cada uno de los equipos en las condiciones óptimas obtenidas en base al análisis estadístico llevado a cabo en MINITAB 14 (Sección 7.4.2.). La variación del por ciento de retención y el por ciento de encapsulación obtenidos durante el almacenamiento de los productos de ambos secadores se presenta en la figura 34.

En la figura 34 se observa que conforme pasa el tiempo el aceite encapsulado va disminuyendo tanto para el producto encapsulado por aspersión como el encapsulado en el secador de lecho por fuente fluidizado, manteniéndose prácticamente constante el aceite total retenido; lo cual era de esperarse, ya que el aceite retenido no tiene por qué cambiar conforme pasa el tiempo ya que este es el aceite que se encuentra tanto encapsulado como el que se encuentra en la superficie. Por otro lado el aceite encapsulado, sí se reduce, pues se va difundiendo hacia la superficie del encapsulado. La figura 34 muestra que hasta en 2º mes tanto en el caso de secado por aspersión como en secado de lecho por fuente fluidizado el por ciento de encapsulación disminuye constantemente. Después de este tiempo la velocidad de disminución del por ciento de encapsulación disminuye considerablemente manteniéndose el % de encapsulación prácticamente constante para el caso de secado de lecho por fuente fluidizado hasta el final del seguimiento (3.5 meses). En el caso de secado por aspersión se observa que a partir del segundo mes continua disminuyendo el por ciento de encapsulación pero muy paulatinamente. La figura 34 también muestra que la relación de aceite encapsulado respecto al aceite total retenido en todo tiempo es mayor para el lecho por fuente fluidizado alcanzando el 88% a los 3.5 meses comparado con un 78% de la relación de aceite encapsulado respecto al aceite total

retenido para el secado por aspersion en el mismo periodo. Estos resultados eran esperados, ya que como se mencionó en la sección 7.4.1. los glóbulos se encuentran mejor protegidos en el secado de lecho por fuente fluidizado que en el secador por aspersion debido al mayor espesor de pared como se observa en la figura 36b.

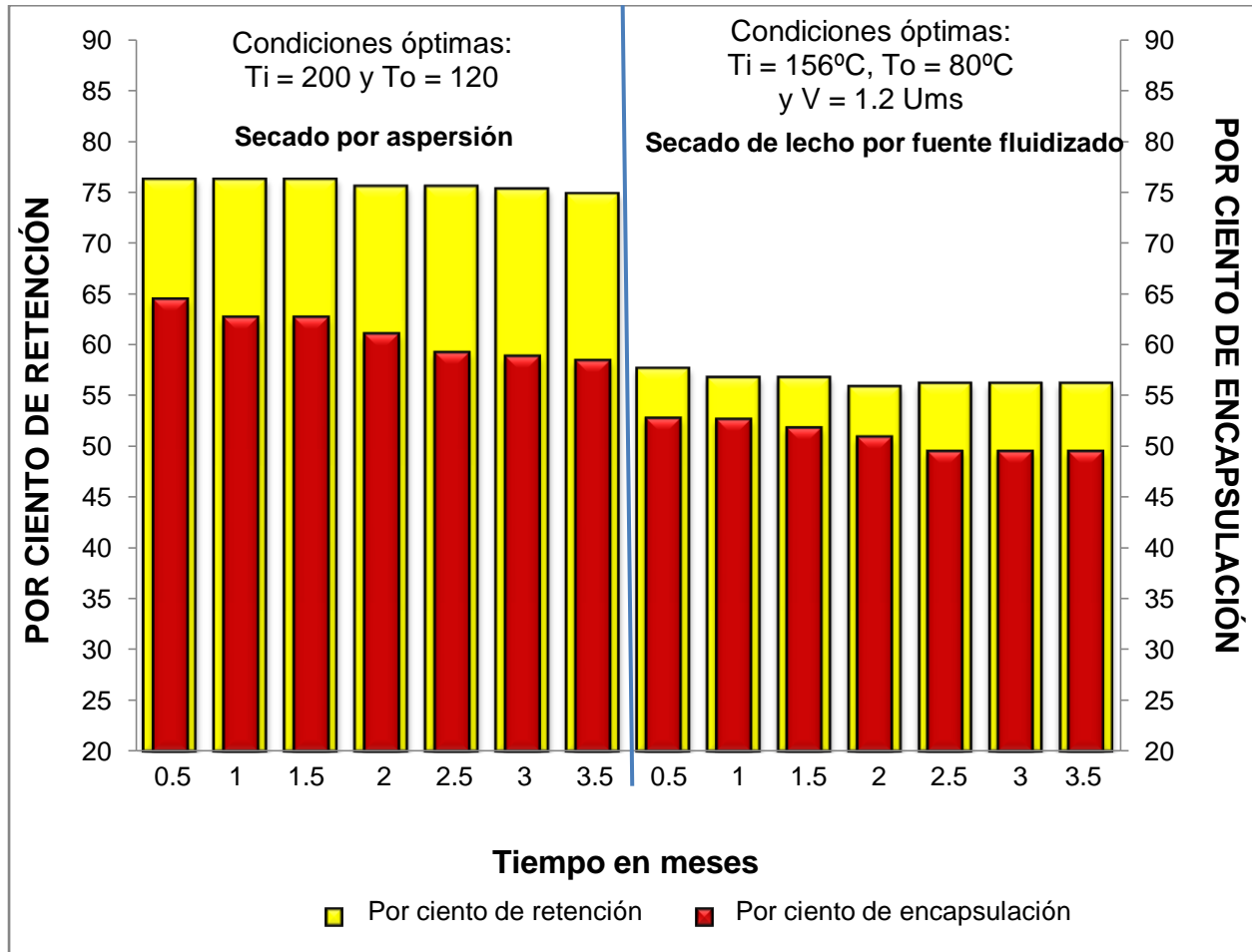


Figura 34. Variación de la eficiencia de retención y eficiencia de encapsulación del producto secado en las condiciones óptimas tanto en el secado por aspersion como en el secador de lecho por fuente fluidizado en un periodo de 3 ½ meses.

Como se observa en la figura 34, se va perdiendo mayor cantidad de aceite encapsulado en el proceso de secado por aspersion. Al inicio del seguimiento se tenía que de la relación de aceite encapsulado respecto al aceite total retenido el 84% de

este aceite total retenido es encapsulado y al final del estudio (3.5 meses) solo el 78% del aceite total retenido quedó encapsulado, habiendo una pérdida de un 6% del producto encapsulado que pasa a formar parte del aceite total retenido exponiéndose al deterioro por oxidación por el aire. No así en el producto obtenido en el secador de lecho por fuente fluidizado que de la relación de aceite encapsulado respecto al aceite total retenido el 91% de este aceite total retenido es encapsulado inicialmente y finaliza en un 88%, siendo la pérdida de un 3% del aceite encapsulado, lo que permite corroborar lo que mencionan los trabajos de Baracat *et al*, (2004) y recientemente de Marreto *et al*, (2006) que mencionan que al formarse una pared más gruesa permite que se mantenga el producto mejor protegido y que la liberación de este sea más lenta que en el caso de secado por aspersion donde la pared que se forma alrededor del glóbulo de aceite es más delgada. Esto se observa físicamente en las micrografías electrónicas de la figura 35 donde se ve que al principio del almacenamiento (inmediatamente después de ser secado) (figura 35 a)) no se observan las pequeñas manchas en la superficie de los glóbulos que se presentan a los 2 meses de almacenamiento del producto que hace suponer que se trata de aceite que está muy cerca de la superficie de la capa del agente encapsulante y que termina emergiendo para de esa manera permitir que el aceite encapsulado salga del glóbulo y forme parte del aceite retenido.

En el caso del secado en lecho por fuente fluidizado las micrografías electrónicas de la figura 36 muestra que al inicio del estudio de seguimiento, el producto se encontraba formando láminas gruesas (figura 36 a)) que no permiten ver donde se localizan los glóbulos de aceite, pero al pasar dos meses de almacenamiento, se siguen observando láminas gruesas sin manchas de aceite apreciables en la superficie como se indicó anteriormente, al tener un espesor de pared más gruesa que en secado por aspersion, se retarda que el aceite llegue a la superficie y aflore, esto es, se retarda la liberación del aceite esencial de naranja.

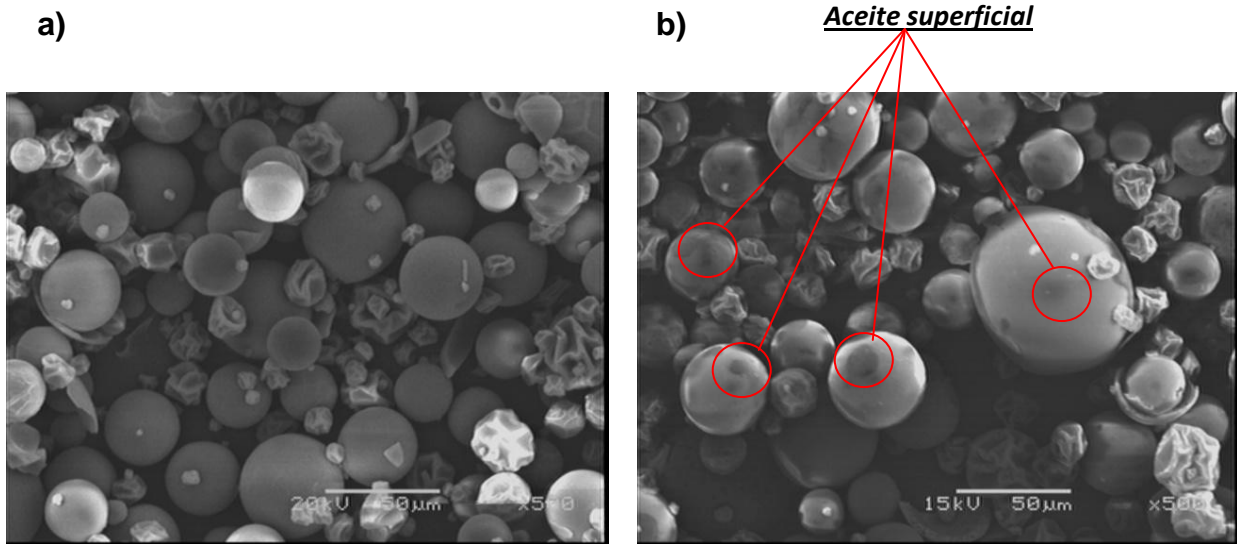


Figura 35. Microscopía electrónica de producto secado por aspersión al inicio del almacenamiento (recién obtenido del proceso de secado) (a) y a los 2 ½ meses de almacenamiento (b).

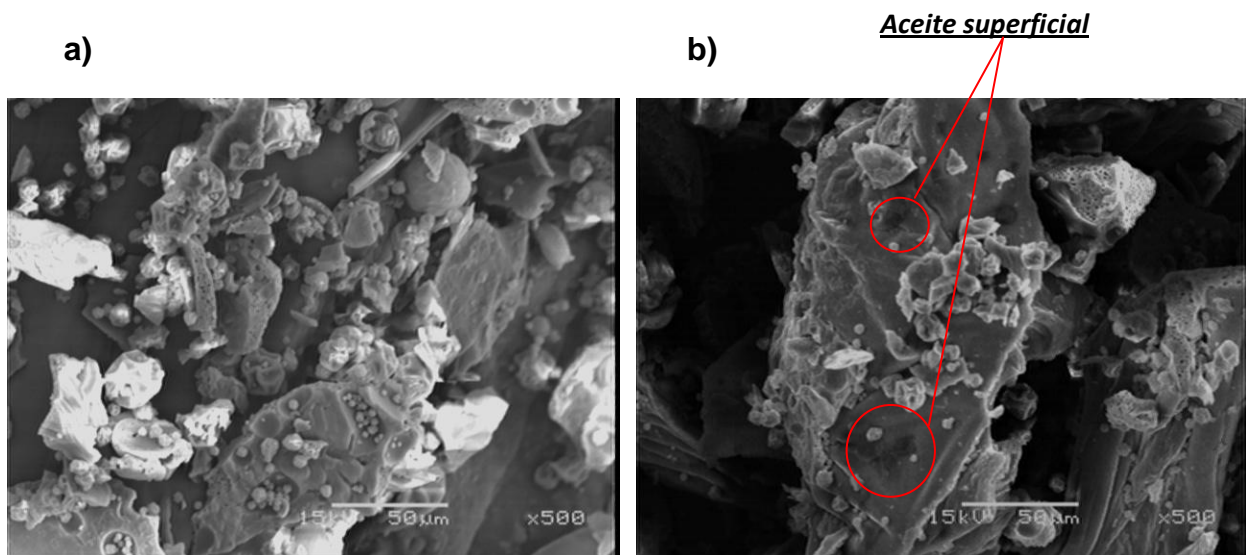


Figura 36. Microscopía electrónica de producto secado en secador de lecho por fuente fluidizado al inicio del almacenamiento (recién obtenido del proceso de secado) (a) y a los 2 ½ meses de almacenamiento (b).

7.4.4. Perfil cromatográfico del aceite esencial de naranja encapsulado.

La caracterización cromatografía se llevo a cabo con el fin de determinar el perfil de los componentes principales del aceite esencial de naranja contenido en los productos encapsulados para conocer el efecto de los dos procesos de secado aplicados a la calidad del mismo. Las muestras seleccionadas para el análisis correspondieron a los productos considerados como óptimos de acuerdo al polinomio de respuesta obtenido para cada uno de los procesos.

Para el análisis de resultados se consideró como patrón el perfil obtenido para el aceite esencial de naranja original destilado, el cual se determinó a través de la cuantificación de las áreas correspondientes y los picos de los principales componentes volátiles contenidos en el mismo. Estas áreas se expresan como porcentaje de abundancia para cada componente con respecto al contenido total de componentes volátiles presentes (ver cuadro 13), representando el 99.35% los componentes que se utilizaron como estándares. El 0.65% restante son componentes que no consideramos para este estudio.

Cuadro 13. Perfil cromatográfico de los componentes principales del aceite esencial de naranja original destilado.

Componente	Porcentaje de abundancia (%)
α – pineno.	0.68
β – pineno.	0.67
Mirceno.	2.62
Limoneno.	94.45
Linalool.	0.83
Carvona	0.10
Suma	99.35

Como se observa en el cuadro 13 el limoneno es el componente que se encuentra en mayor abundancia, es el componente principal el que le da el aroma característico al aceite esencial de naranja. El componente de menor abundancia es la carvona que es un producto de degradación del mismo por oxidación.

En el cuadro 14 se muestran los resultados obtenidos del ensayo cromatográfico del aceite esencial de naranja, el aceite encapsulado obtenido del secado en lecho por fuente fluidizado y el aceite encapsulado obtenido del secado por aspersion.

Cuadro 14. Resultados de porcentaje de abundancia del ensayo cromatográfico del aceite esencial de naranja asociado al por ciento de retención (%R).

Descripción	α - pineno	β - pineno	Mirceno.	Limoneno	Linalool	Carvona	% R
AE	0.68	0.67	2.62	94.45	0.83	0.10	-
AESB 1.5	1.03	0.52	2.14	94.86	0.72	0.67	56.70
AESB 3.5	0.83	0.49	2.61	90.01	0.60	0.67	56.13
AESA 1.5	0.95	0.49	2.79	95.28	0.65	0.79	76.19
AESA 3.5	0.92	0.53	2.73	87.97	0.67	0.89	74.76

AE = aceite esencial de naranja original destilado.

AESB 1.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado a 1.5 meses de almacenamiento.

AESB 3.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado a 3.5 meses de almacenamiento.

AESA 1.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado por aspersion a 1.5 meses de almacenamiento.

AESA 3.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado por aspersion a 3.5 meses de almacenamiento.

%R = % de retención.

Los resultados obtenidos de los perfiles cromatográficos de los aceites esenciales obtenidos de los procesos de secado se presentan en las figuras 37 y 38, donde se comparan los cromatogramas del aceite esencial de naranja antes de ser sometido al proceso de encapsulación con los cromatogramas del aceite destilado después de ser sometido al proceso de secado por aspersion y secado en lecho por fuente fluidizado,

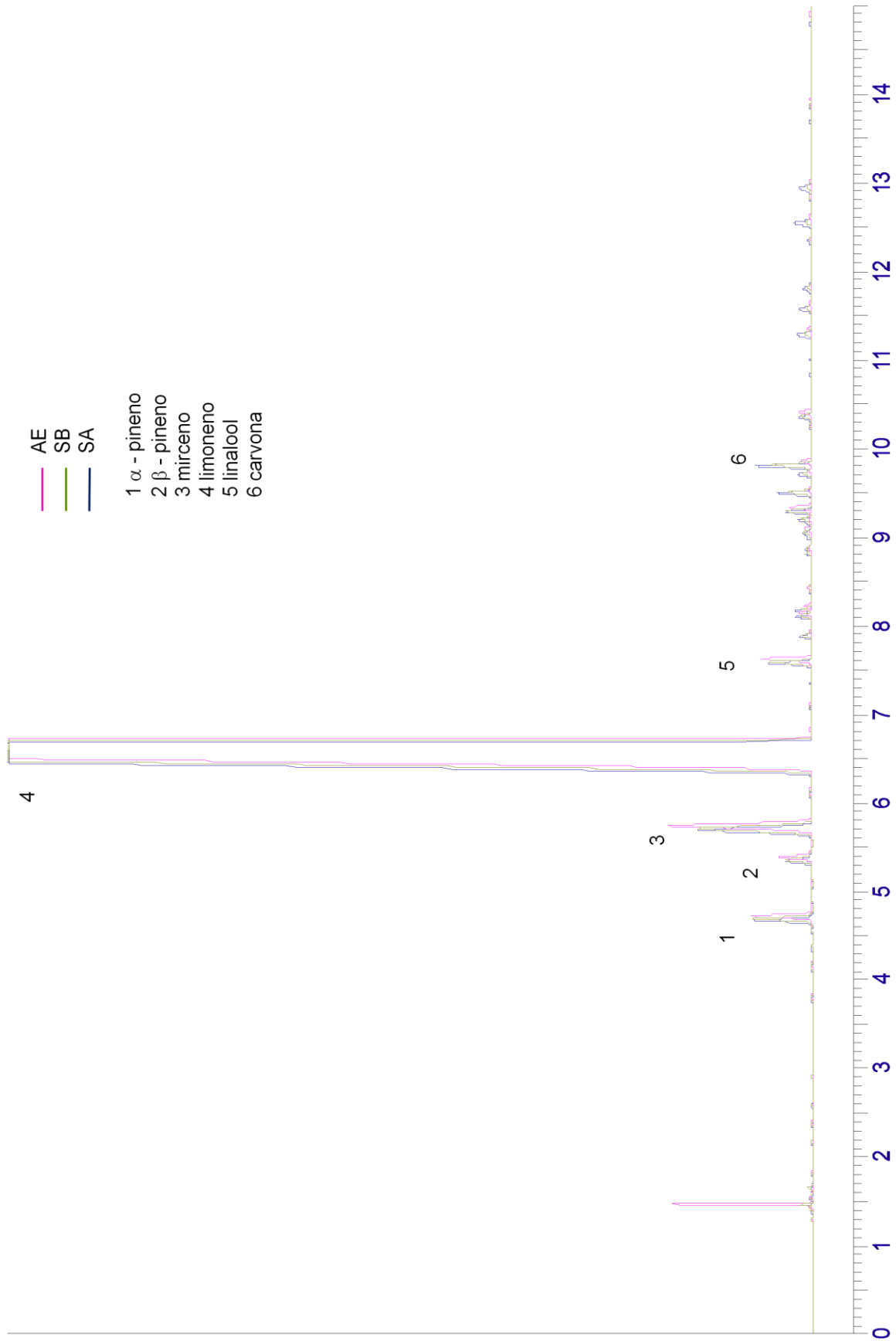


Figura 37. Cromatograma de la comparación de aceite esencial de naranja (AE), producto secado por aspersión (SA) y producto secado en lecho por fuente fluidizado (SB) a 1.5 meses de seguimiento.

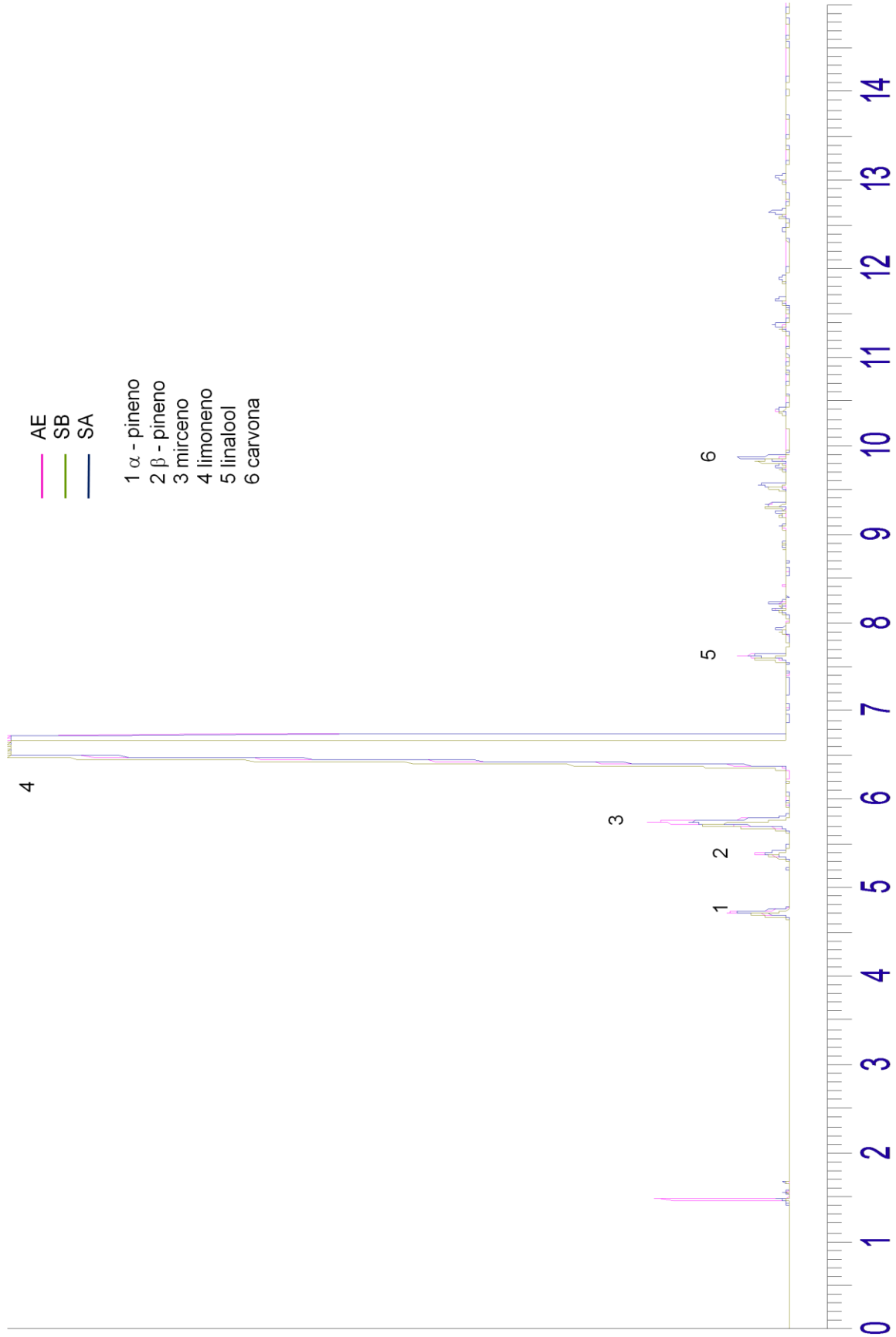


Figura 38. Cromatograma de la comparación de aceite esencial de naranja (AE), producto secado por aspersión (SA) y producto secado en lecho por fuente fluidizado (SB) a 3.5 meses de seguimiento.

donde se observa que hay una menor presencia de carvona en el secado de lecho por fuente fluidizado que en secado por aspersion (ver cuadro 14) y aunque es mínima la diferencia se puede decir que el proceso de secado en lecho por fuente fluidizado es mejor ya que el producto de oxidación que en este caso en la carvona se presenta en menor cantidad que el secado por aspersion, esto se confirma al ver la concentración que presenta el pico de carvona (ver cuadro 14) en cada uno de ellos, donde se observa que la carvona se encuentra en menor concentración en la muestra estándar, siendo el secado de lecho por fuente fluidizado donde se presenta en menor concentración respecto al secado por aspersion donde va aumentando la concentración de carvona respecto al tiempo de almacenamiento, mientras que en el secado de lecho por fuente fluidizado se mantiene a la misma concentración.

Para verificar la concentración de los componentes volátiles que se utilizaron como estándar se llevaron a cabo curvas tipo de cada uno de ellos para que con base al área obtenida en el perfil cromatográfico y conociendo la concentración de cada una de estas áreas, se calculará la concentración presente en el aceite esencial destilado y los productos encapsulados obtenidos de los procesos de secado en lecho por fuente fluidizado y secado por aspersion. Los resultados obtenidos se muestran en el cuadro 15 y las curvas tipo de cada uno de los estándares se encuentran en el apéndice al final del documento (del apéndice 10.5.).

Al igual que en el porcentaje de abundancia se observa como la carvona aumenta respecto al proceso de encapsulación aumentando ligeramente en el proceso de secado por aspersion, manteniéndose la concentración de esta respecto al tiempo de almacenamiento en ambos procesos. En cuanto al limoneno este de igual manera disminuye ligeramente siendo más notorio en el secado por aspersion que en el secado de lecho por fuente fluidizado. Lo que indica que en efecto la pared gruesa que se forma alrededor de los glóbulos de aceite en el secado en lecho por fuente fluidizado favorece la protección de los componentes volátiles del aceite esencial de naranja y lo protege de la degradación.

Cuadro 15. Resultados de concentración de los componentes volátiles estándar del ensayo cromatográfico del aceite esencial de naranja asociado al por ciento de retención (%R)

Descripción	α – pineno (g/ml)	β – pineno (g/ml)	Mirceno (g/ml)	Limoneno (g/ml)	Linalool (g/ml)	Carvona (g/ml)	% R
AE	$977 \cdot 10^{-7}$	$782 \cdot 10^{-6}$	$724 \cdot 10^{-6}$	$1.010 \cdot 10^{-2}$	$603 \cdot 10^{-6}$	$212 \cdot 10^{-6}$	-
AESB 1.5	$793 \cdot 10^{-7}$	$815 \cdot 10^{-6}$	$423 \cdot 10^{-6}$	$1.005 \cdot 10^{-2}$	$578 \cdot 10^{-6}$	$296 \cdot 10^{-6}$	56.70
AESB 3.5	$765 \cdot 10^{-7}$	$804 \cdot 10^{-6}$	$424 \cdot 10^{-6}$	$1.002 \cdot 10^{-2}$	$579 \cdot 10^{-6}$	$286 \cdot 10^{-6}$	56.13
AESA 1.5	$864 \cdot 10^{-7}$	$797 \cdot 10^{-6}$	$711 \cdot 10^{-6}$	$1.025 \cdot 10^{-2}$	$590 \cdot 10^{-6}$	$319 \cdot 10^{-6}$	76.19
AESA 3.5	$614 \cdot 10^{-7}$	$799 \cdot 10^{-6}$	$657 \cdot 10^{-6}$	$0.895 \cdot 10^{-2}$	$575 \cdot 10^{-6}$	$277 \cdot 10^{-6}$	74.76

AE = aceite esencial de naranja original destilado.

AESB 1.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado a 1.5 meses de almacenamiento.

AESB 3.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado en lecho por fuente fluidizado a 3.5 meses de almacenamiento.

AESA 1.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado por aspersión a 1.5 meses de almacenamiento.

AESA 3.5 = aceite esencial de naranja recuperado del proceso de secado por aspersión a 3.5 meses de almacenamiento.

%R = % de retención.

Estos resultados nos indican que si bien el aceite retenido en el producto secado en lecho por fuente fluidizado es menor que en el secador por aspersión, 57.60% y 76.19% respectivamente, una mayor fracción del aceite retenido es encapsulado en el lecho por fuente fluidizado (94% aproximadamente) y que además de esto, debido a la formación de una capa más gruesa alrededor de los glóbulos de aceite, éste se encuentra más protegido de la oxidación y mantiene un mayor porcentaje del aceite encapsulado durante el almacenamiento.

8. CONCLUSIONES.

- ▶ El proceso de encapsulación de aceite esencial de naranja puede ser llevado a cabo en el secador de lecho por fuente fluidizado.

- ▶ El contenido de humedad del producto encapsulado en lecho por fuente fluidizado no se ve afectado por la temperatura ni por la velocidad de aire de secado y se obtiene un producto con menor contenido de humedad que el producto secado por aspersión.

- ▶ La densidad a granel y el tamaño de partícula no se ven afectados por las temperaturas de entrada y salida del aire de secado en secador de lecho por fuente fluidizado y son en general mayores a los obtenidos en secado por aspersión.

- ▶ En el secador de lecho por fuente fluidizado, el tamaño de partícula no es función directa de las condiciones de operación, debido al mecanismo de secado (formación de hojuelas y fraccionamiento de las mismas), sin embargo en general es mayor que el obtenido en secado por aspersión.

- ▶ El producto secado en lecho por fuente fluidizado que presenta las mejores eficiencias de retención y de encapsulación es el que se seco a 1.2 Umst una temperatura de entrada del aire de 155°C y de temperatura de salida del aire de secado de 80°C, siendo del 59% de retención y del 56% de encapsulación.

- ▶ La relación de aceite encapsulado respecto al aceite que es retenido en el producto secado en lecho por fuente fluidizado fue en promedio del 94% mientras que en el secador por aspersion fue en promedio del 89%. Por lo que la proporción de aceite encapsulado a aceite total es mayor en el secador de lecho por fuente fluidizado.

- ▶ La eficiencia de retención del producto secado en lecho por fuente fluidizado es menor en un 30% al obtenido en secado por aspersion, pero al tener un espesor de pared más gruesa en el producto encapsulado, le proporciona mayor protección al aceite esencial de naranja, lo cual se observa al llevar a cabo el perfil cromatográfico de ambos procesos.

- ▶ La cantidad de aceite encapsulado en base al aceite que fue retenido en el estudio de seguimiento durante el almacenamiento de los productos encapsulados en las condiciones óptimas fue de 84% al inicio del estudio para el caso del secado por aspersion disminuyendo este hasta un 78% a los tres meses y medio de estudio, teniendo una pérdida del 6%. Para el caso de secado de lecho por fuente fluidizado la cantidad de aceite encapsulado en base al aceite que fue retenido fue de 91% al inicio del estudio disminuyendo a un 88% a los tres meses y medio de estudio, teniendo solamente una pérdida del 3%.

- ▶ El proceso de encapsulación mediante el secado de lecho por fuente fluidizado tiene una mejor protección del aceite encapsulado provocando una lenta liberación de este.

- ▶ Las condiciones óptimas para llevar a cabo el proceso de encapsulación de aceite esencial de naranja en el secador de lecho por fuente fluidizado para obtener las mejores eficiencias de retención y de encapsulación son con una T_i de 126°C , T_o de 80°C y velocidad del aire por el canal central de 1.2 Umst .

9. BIBLIOGRAFÍA.

AFNOR. NFT 75-202 1982. Recueilles de Normes Francaise Pour Huiles Essentielles. Paris. France : AFNOR pp 182-186.

Alonso, S. D. 2001. Contaminación del producto obtenido en lecho por fuente fluidizado por los finos provenientes del lecho de inertes. Tesis de Maestría en Ciencias de los Alimentos. ENCB-IPN. México D.F.

Anónimo. 1999. Investigación y Desarrollo. Periodismo de Ciencia y Tecnología. Suplemento del mes de junio del periódico La Jornada. Septiembre, 2006.

Anónimo. 2005. Empleo de almidones modificados como encapsulantes para sabores. Bebidas mexicanas. Alfa editores. Agosto-Septiembre.

AOAC. 2000. Oficial Methods of Analysis. U.S.A. 17th Edition.

Ascheri, D. P. R., Marquez, M. O. M. y Martucci, E. T. 2003. Microencapsulation of orange essential oil: wall material selection. Ciencia y Tecnologia de Alimentos. Diciembre. **23**:1-6

Baracat, M. M., Nakagawa, M. A., Freitas, P. L. A. and De Freitas O. 2004. Microcapsule processing in a spouted bed. The Canadian Journal of Chemical Engineering. February. **82**:134-141

Badui, D. S. 1993. Química de los alimentos. 3ª Edición. Addison Wesley, Longman de México S.A. de C.V. México. pp. 101-119 y 409-451.

Bhandari, B. R., Dumoulin, E. D., Richard, H. M. J., Noleau, I. and Lebert, A. M. 1992. Flavor encapsulation by spray drying: Application to citral and linalyl acetate. *Journal of Food Science*. **1**:57, 217-221.

Brennan, J. G., Butters, J. R., Cowell, N. D. y Lilly, A. E. V. 1980. Las operaciones de la ingeniería de los alimentos. 2ª Edición. Editorial Acribia. Zaragoza, España. pp. 86-91 y 102-118.

Chen, X. D. and Özkan, N. 2007. Stickiness, functionality and microstructure of food powder. *Drying Technology*. **25(6)**:959-569

Corrêa, N. A., Costa, C. E. S., Corrêa, R. G. and Freire, J. T. 2004. Control of spouted bed dryers. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*. Abril. **82**: 555-565.

Epstein, N. and Grace, J. R. 1984. Spouting of particles solids. In M. E. Fayed and L. Otten (eds), "Handbook of Powder Science and Technology". Van Nostrand Reinhold Co., New York. pp. 507-536.

Fane, A. G., Stevenson, T. R., Lloyd, C.J. and Dunn, M. 1980. The spouted bed dryer an alternative to spray drying. "Chemeca 80", 8th Chemical Engineering Conference. Australia. pp. 278-282.

Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. 2000. 7ª Edición. Secretaria de Salud. Tomo I. México.

FCC. Food Chemicals Codex. 1996. Fourth Edition. Institute of Medicine. Washington , D. C.

Fliková, I. and Mujumdar, A. S. 1987. Industrial spray drying systems in hand book of industrial drying. Mujumdar A. S. Editor. Marcel Dekker Inc. New York. pp. 243.

Flores, M. H. 2001. Optimización del proceso de encapsulación del aceite esencial de naranja mediante secado por aspersion. Tesis de Maestría en Ciencias Químico-Biológicas. ENCB-IPN. México D.F.

Geankoplis, C.J. 1999. Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias. 3ª Edición. México Ed. CECSA. pp. 48-52.

Gouin, S. 2004. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. Trends in Food Science and Technology. **15**:330-347.

Haypek, E.,Silva, L. H. M., Batista, E., Marques, D. S., Meireles, M. A. A. and Meirelles, A. J. A. 2000. Recovery or aroma compounds from orange essential oil. Brazilian Journal of Chemical Engenieering. **17**:4-7. San Paulo.

Hoagland, M. L. 1978. Food Chemistry. The Publishing Company, Inc. 3th Edition. Westport Connecticut. pp. 75-113 y 148-169.

Kashappa, G. H. D. and Hyun, J. P. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. drying Technology. Taylor & Francis Group, LLC. **23**: 1361-1394.

Kealey, K. S. and Kinsella, J. E. 1979. Orange juice quality with an emphasis on flavor components. CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition. Editor. Thomas E. Furia. Palo Alto California. **11**: 1-35.

Marreto, N. R., Freire, T. J. and Freitas, P. L. A. 2006. Drying Thechnology. Taylor & Francis Group, LLC. **24**: 327-338.

Masters, K. 1985. Spray Drying Handbook. 4th Edition. George Godwin. London. pp. 1-7, 56-75

Mathur, K. B. 1971. Spout beds. In J. F. Davidson and D. Harris (eds). "Fluidization". Academic Press. London. pp. 111-191.

Mathur, K. B. and Epstein, N. 1974. Spouted beds. Academic Press.USA. 111-191.

Mathur, K. B. and Gishler, P. E. 1955. A study of the application of the spouted bed technique to whet drying. Journal of Applied Chemistry. **5**, 624-636.

Mendoza, G. N., Romo, L. M. T., Serratos, C. I., Orozco, A. C. y Osorio, R. G. I. 2004. Dimensionamiento y Construcción de un Secador por Aspersión de nivel laboratorio. Tesis de Licenciatura. UPIBI-IPN, México.

McNamee, B. F., O'Riordan, E. D. y O'Sullivan, M. 1998. Emulsification and microencapsulation properties of arabic gum. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. **46**: 4551-4555.

Mohsenin, N. N. 1970. Physical properties of plant and animal materials. Vol 1. (Structure, physical characteristics and mechanical properties). Gordon and Breach Sci. Pub., New York. 5-12.

Mujumdar A. 1983. *Advances in Drying*. Hemisphere Publishing Corporation N.Y. 164-166.

Oliveira , I. M. and Passos, M. L. 1997. Simulation of drying suspension in a conical spouted bed. *Drying Technology*. **15(2)**: 593- 604.

Osorio, R. G. 1990. Spouted bed drying of liquids. PhD. Thesis, University of Reading UK.

Osorio-Revilla, G., Elías-Serrano, R., Gallardo-Velázquez, T. 2004a. Drying of liquid feedstocks in a spout-fluid-bed with draft-tube submerged in inert solids:

hydrodynamics and drying performance. The Canadian Journal of Chemical Engineering. February. **82**. pp 142-147.

Osorio-Revilla, G., López-Suárez, T and Gallardo-Velázquez, T. 2004b. Simultaneous drying and cleaning of guava seeds in a spout-fluid bed with draft tube. The Canadian Journal of Chemical Engineering. February. **82**. pp 148-153.

Pisecky, J. 1987. Evaporation and spray drying in the dairy industry. In Hand Book of Industrial Drying, Mujumdar A. S. Editor. Marcel Dekker Inc. New York. pp. 577-580.

Ramírez, T. A. M. 2006. Termodegradación del producto obtenido en un secador de lecho por fuente fluidizado con tubo central sumergido en sólidos inertes. Tesis de Maestría de Ciencias de los Alimentos. ENCB-IPN. México, D.F.

Ranganna, S., Govindaraja, V. S. and Ramana, K. V. R. 1983. Citrus fruits-varieties, chemistry, technology and quality evaluation. Part II. CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition. Editor. Thomas E. Furia. Palo Alto California. **18**: 313-364.

Ruiz, C. A. 2001. Estudio del proceso de secado y el grado de contaminación del producto obtenido en lecho por fuente-fluidizado. Tesis de Maestría de Ciencias Químico-Biológicas. ENCB-IPN. México D.F.

Treybal, R. E. 1988. Operaciones de Transferencia de Masa, 2^a edición. México. Editorial McGraw Hill. pp. 768-770.

Velázquez, C.C. 2003. Efecto del grado de emulsificación en la eficiencia de encapsulación de aceite esencial de naranja. Tesis de Licenciatura. ENCB-IPN. México D.F.

Whistler, R. L. and BeMiller, J. N. 1993. Industrial Gums, Polysaccharides and their derivatives. Academic Press, Inc. San Diego California. pp. 579 -598.

Zens, F. A. and Othmer, D. F. 1960. Fluidization and fluid-particle systems. Reinhold Publishing Corp., New York. 98-106.

9.1. REFERENCIAS DE INTERNET.

Alberto. 1999. <http://www.flissbis.com/aroma/extraccion.html>. Octubre 2006

Anónimo. 2003. Almidones modificados. <http://www.nationalstarch.com>. Octubre 2006.

DuPont, Co. 2003. Teflon, FEP. <http://www.dupont.com/teflon/films/H-55008-2.html>. Octubre, 2006.

Judd, W. S. Campbell, C. S. Kellogg, E. A. Stevens, P.F. Donoghue, M. J. 2002. *Plant systematics: a phylogenetic approach, Second Edition*. Sinauer Axxoc, USA. Capítulo 4. http://es.wikipedia.org/wiki/Aceite_essencial. Septiembre 2008.

10. APÉNDICE

10.1. Curvas de calibración de los sopladores de aire por fuente y por el ánulo.

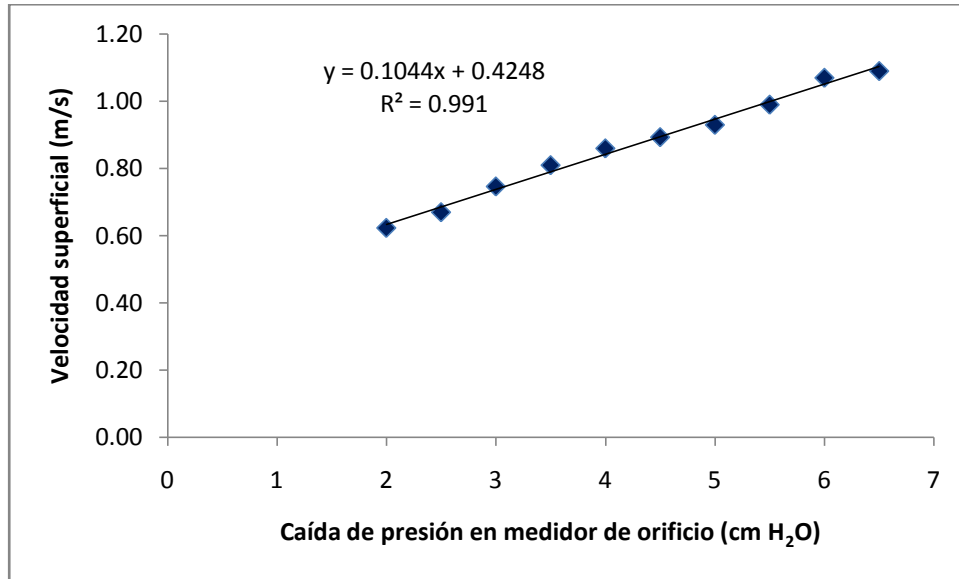


Figura 39. Curva de calibración del medidor de orificio del soplador que alimenta al spout (canal central).

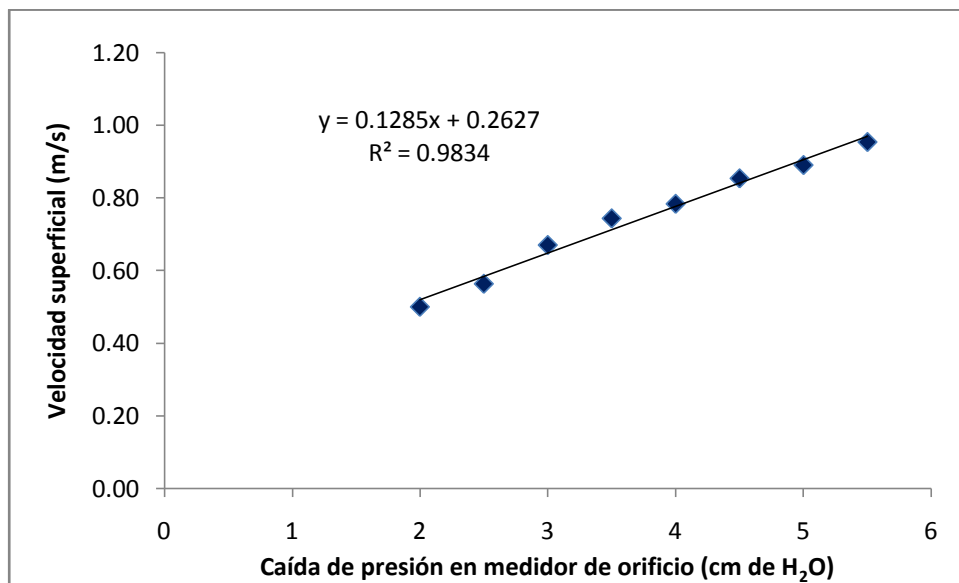


Figura 40. Curva de calibración del medidor de orificio del soplador que alimenta por el ánulo.

10.2. Curva de calibración del rotámetro de alimentación de la emulsión.

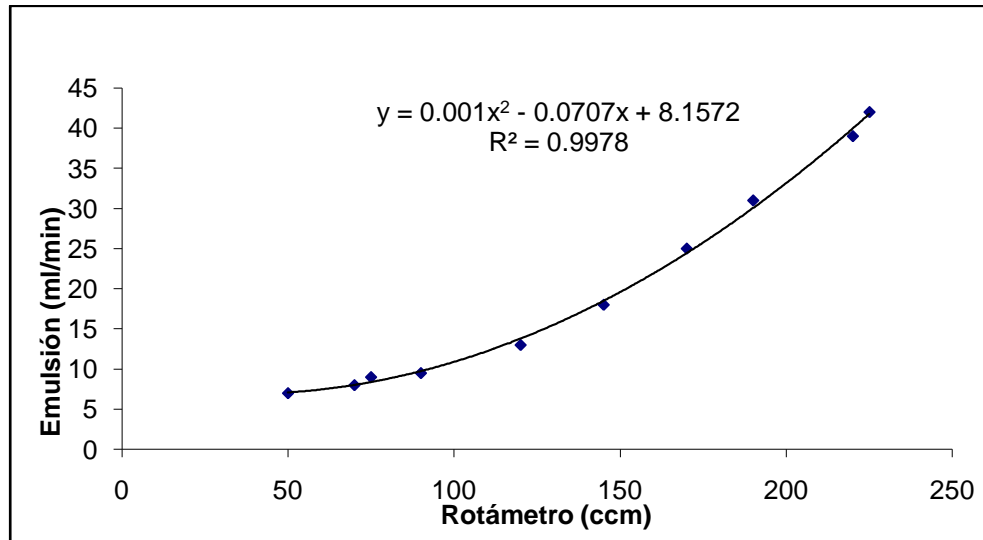


Figura 41. Curva de calibración del rotámetro de alimentación con una emulsión 1:4 aceite esencial de naranja a la solución al 20% de N-Lok.

10.3. Curva de flujo de la emulsión utilizada.

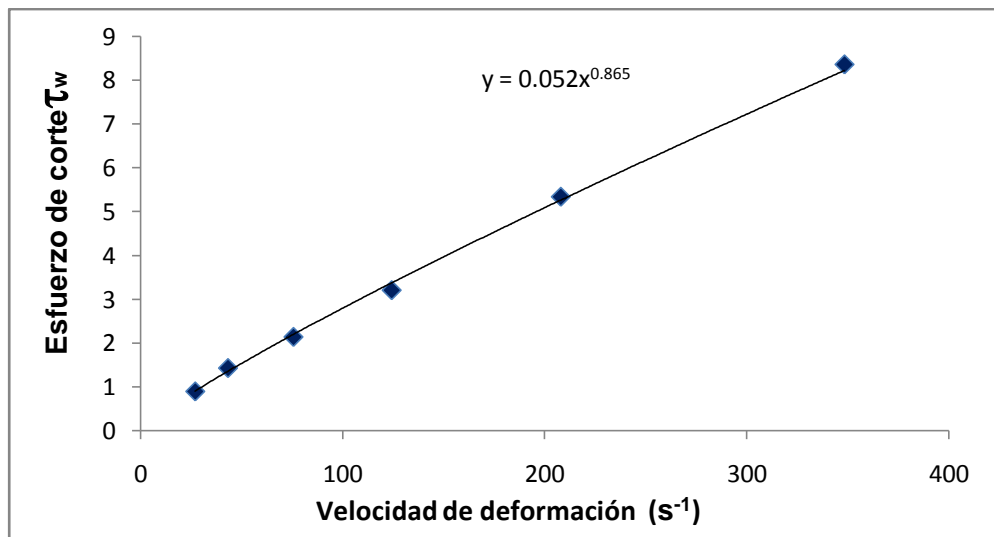


Figura 42. Curva de flujo de la emulsión utilizada.

10.4. Comparación de datos obtenidos experimentalmente con los obtenidos con el polinomio de respuesta.

Cuadro 16. Por ciento de retención y por ciento de encapsulación obtenido del proceso de encapsulación en un secador de lecho por fuente fluidizado y la comparación con lo obtenido mediante el polinomio de respuesta obtenido del programa MINITAB 14.

Ti	To	V	%R	%E	%Rc	%Ec
170	90	1.5	47.48	45.84	48.45	45.89
170	90	1.2	55.81	50.85	53.58	50.93
170	80	1.5	49.82	48.17	50.40	47.59
170	80	1.2	55.81	52.52	55.53	52.64
155	90	1.5	55.81	50.29	53.49	50.62
155	90	1.2	55.49	52.21	56.86	53.08
155	80	1.5	56.13	50.59	54.45	51.38
155	80	1.2	59.74	56.46	57.82	53.84
140	90	1.5	54.75	53.93	54.77	52.67
140	90	1.2	56.79	53.45	56.38	52.54
140	80	1.5	54.32	52.67	54.74	52.50
140	80	1.2	54.01	50.7	56.35	52.36
125	90	1.5	51.9	51.74	52.28	52.05
125	90	1.2	53.7	50.41	52.13	49.33
125	80	1.5	49.82	49.66	51.26	50.93
125	80	1.2	52.21	48.88	51.11	48.21
170	90	1.5	47.48	45.84	48.45	45.89
170	90	1.2	53.7	52.06	53.58	50.93
170	80	1.5	49.82	48.17	50.40	47.59
170	80	1.2	54.01	50.7	55.53	52.64
155	90	1.5	53.39	49.56	53.49	50.62
155	90	1.2	55.49	52.21	56.86	53.08
155	80	1.5	55.81	50.29	54.45	51.38
155	80	1.2	59.39	56.13	57.82	53.84
140	90	1.5	54.44	53.62	54.77	52.67
140	90	1.2	56.13	52.82	56.38	52.54
140	80	1.5	54.32	53.5	54.74	52.50
140	80	1.2	53.7	49.57	56.35	52.36
125	90	1.5	51.9	51.08	52.28	52.05

Ti	To	V	%R	%E	%Rc	%Ec
125	90	1.2	51.61	48.32	52.13	49.33
125	80	1.5	52.51	52.34	51.26	50.93
125	80	1.2	51.9	48.6	51.11	48.21

Cuadro 17. Por ciento de retención y por ciento de encapsulación obtenido del proceso de encapsulación en un secador por aspersion y la comparación con lo obtenido mediante el polinomio de respuesta obtenido.

Ti	To	% R	% E	%Rc	%Ec
180	110	69.30	64.32	71.64	64.232
180	110	70.44	62.91	71.64	64.232
180	120	72.72	65.19	71.64	64.232
180	120	69.30	62.63	71.64	64.232
200	110	74.31	65.03	78.6	70.65
200	110	76.64	66.50	78.6	70.65
200	120	76.64	69.94	78.6	70.65
200	120	79.00	70.58	78.6	70.65
220	110	73.86	62.04	71.24	62.348
220	110	73.86	62.04	71.24	62.348
220	120	72.01	62.73	71.24	62.348
220	120	68.59	61.02	71.24	62.348

10.5. Curvas tipo para obtención de concentraciones de estándares cromatográficos.

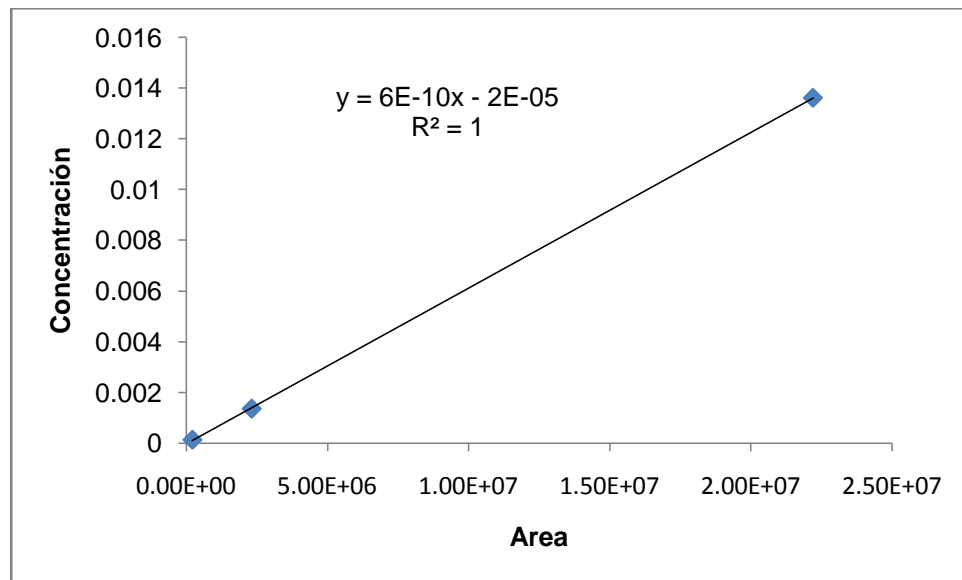


Figura 43. Curva tipo de α - pineno.

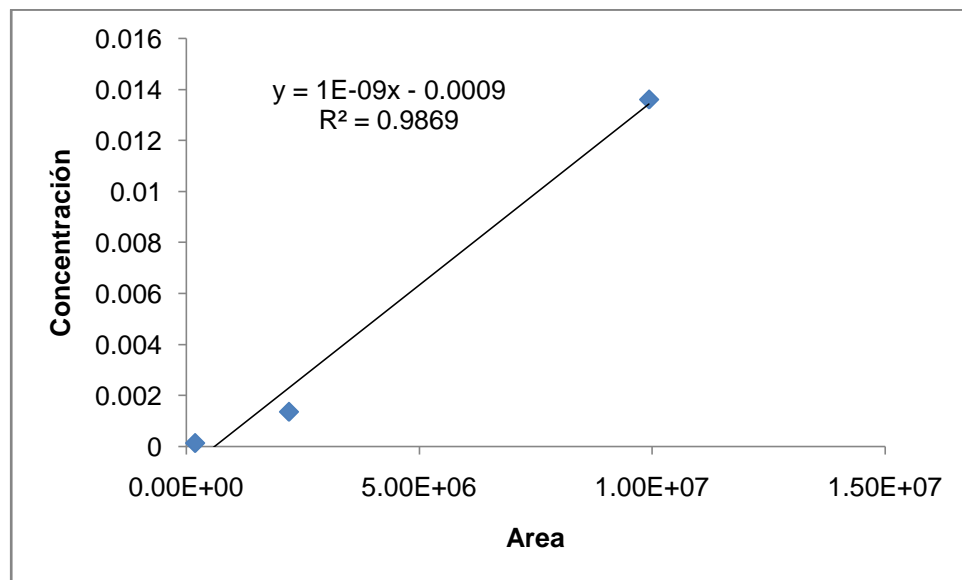


Figura 44. Curva tipo de β - pineno.

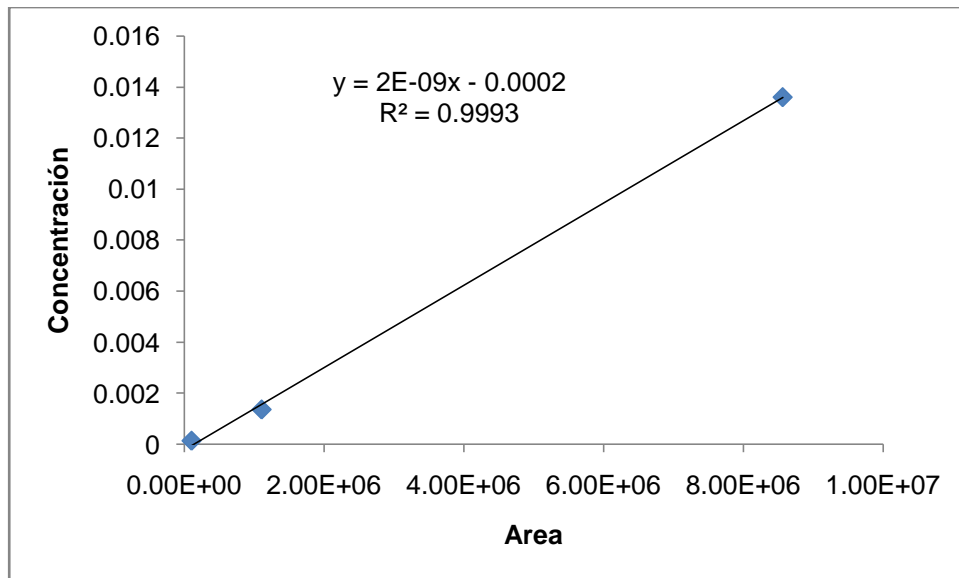


Figura 45. Curva tipo de mirceno.

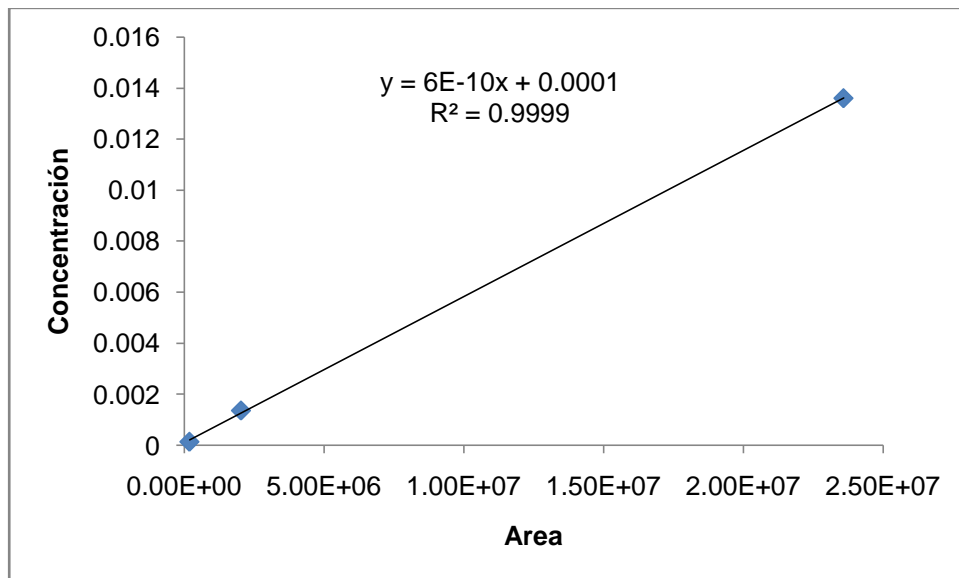


Figura 46. Curva tipo de limoneno.

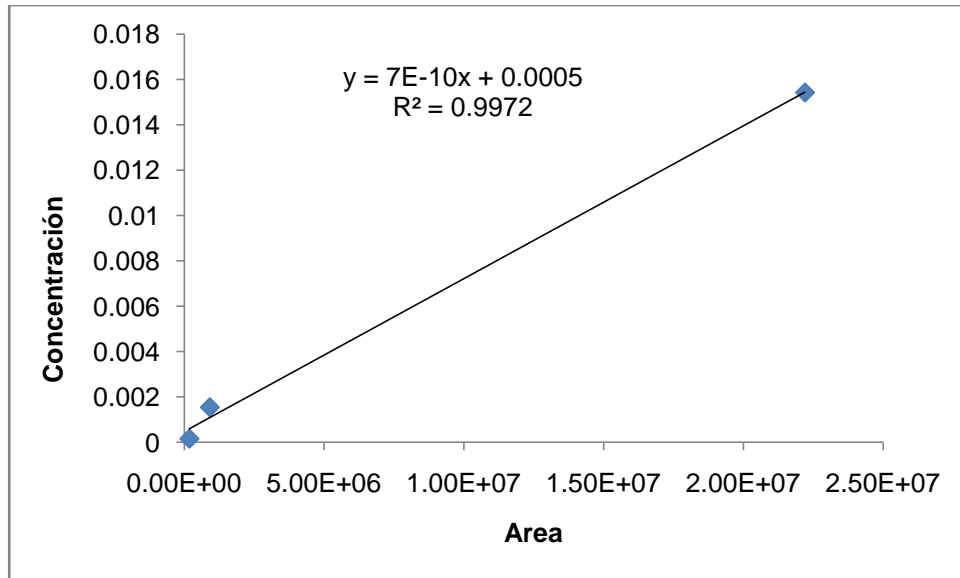


Figura 47. Curva tipo de linalool.

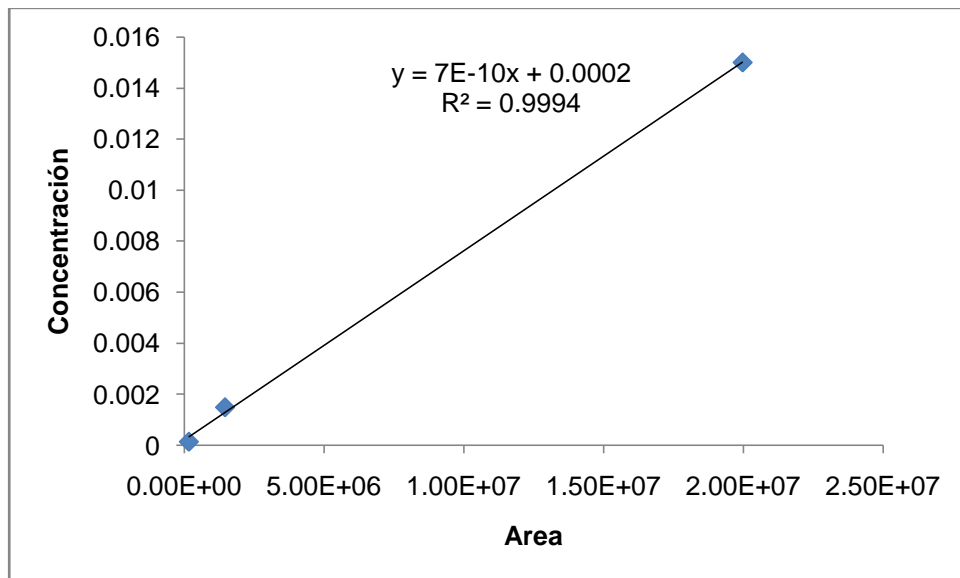


Figura 48. Curva tipo de carvona.