



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA**

**“Estudio del proceso de secado por aspersión  
de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y  
su efecto en las propiedades reológicas”**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO**

**P R E S E N T A:**

**MARIA ELVIRA FLORES ALCANTAR.**

**ASESOR DEL TEMA: DR. LUIS MEDINA TORRES.**

**ASESOR TECNICO: DR. FAUSTO CALDERAS GARCIA.**

# INDICE

Título	1
Resumen	2
Introducción	3
Planteamiento del problema	4
Justificación	5
Antecedentes	7
Hipótesis	13
Objetivo general	13
Objetivos específicos	14
CAPITULO 1 MARCO TEORICO	14
1.1 Antecedentes	15
1.2 Mucílago	17
1.3 Secado por aspersion	18
1.4 Reología	19
1.4.1 Viscosidad	19
1.4.2 Fluidos	20
1.4.2.1 Tipos de fluidos	21
1.4.2.2 Fluidos No Newtonianos	22
1.4.3 Ley de la potencia (Ostwald)	22
1.4.4 Viscoelasticidad	24
1.4.4.1 Métodos de determinación de viscoelasticidad	27
1.4.4.2 Prueba dinámica	
CAPITULO 2 MARCO METODOLOGICO	28
2.1 Diseño de la investigación	28
2.2 Materiales y métodos	33
2.2.1 Material	33
2.2.2 Extracción del mucílago	33
2.2.3 Tipo de secador	34
2.2.4 Mediciones fisicoquímicas	35
2.2.4.1 Determinación del rendimiento	35
2.2.4.2 Medición de propiedades reológicas	35
2.2.4.3 Determinación de viscosidad	36
2.3 Análisis estadístico	36
CAPITULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIONES	38
3.1 Elección del método de extracción	38
3.2 Efecto de las condiciones de secado en las propiedades reológicas	41
3.2.1 Efecto de la concentración en la viscosidad ( $\eta$ )	41
3.2.2 Efecto de $T_e$ , $F_e$ y $V$ en la viscosidad cortante	46

3.2.3 Efecto de la velocidad del atomizador	48
3.2.4 Efecto del flujo de alimentación	50
3.2.5 Efecto del secado por aspersion en la viscoelasticidad	52
3.2.6 Efecto de $T_e$ , $V$ y $F_a$ en los módulos $G'$ y $G''$	56
3.3 Efecto de las condiciones desecado en las propiedades fisicoquímicas De los polvos	59
3.3.1 Efecto en el rendimiento	59
3.3.2 Efecto de la temperatura a la salida del secador	62
3.3.3 Efecto en la densidad aparente	62
3.3.4 Caracterización de los polvos	64
3.3.4.1 Distribución de tamaño de partícula de los polvos de mucílago	64
Conclusiones	68
Referencias	69

# INDICE DE FIGURAS

FIGURA 1.1 Opuntia ficus indica ( Ofi )	14
FIGURA 1.2 Estructura parcial para el mucílago de Ofi	16
FIGURA 1.3 Diagrama del secador por aspersion	18
FIGURA 1.4 Clasificación de los fluidos	20
FIGURA 1.5 Comportamiento de los fluidos	21
FIGURA 1.6 Representación de la ley de la potencia	22
FIGURA 1.7 Curva maestra para los módulos $G'$ y $G''$	26
FIGURA 2.1 Diagrama causa-efecto para problemática de mucílago	29
FIGURA 2.2 Diagrama causa-efecto para elección de factores	30
FIGURA 2.3 Diseño factorial $2^3$ con puntos centrales	32
FIGURA 2.4 Diagrama de flujo para la metodología experimental	37
FIGURA 3.1 Gráfico para el rendimiento de los polvos	39
FIGURA 3.2 Efecto de la concentración en la viscosidad	41
FIGURA 3.3 Efecto de la temperatura de secado	47
FIGURA 3.4 Efecto de la presión (V) para mucílago	49
FIGURA 3.5 Efecto del flujo de alimentación	51
FIGURA 3.6 Efecto de la concentración en $G'$ y $G''$	52
FIGURA 3.7 Espectro mecánico para $G'$ y $G''$ vs. Concentración	54
FIGURA 3.8 Muestra que presentó efecto weissenberg	55
FIGURA 3.9 Efecto de los factores de secado en $G'$ y $G''$	58
FIGURA 3.10 Efecto de $T_e$ , $F_a$ y V en el rendimiento de polvos	60
FIGURA 3.11 Problemas de escurrimiento de mucílago	62
FIGURA 3.12 Densidad aparente en función de la $T_e$	63
FIGURA 3.13 Distribución de tamaño de partícula	65

# INDICE DE TABLAS.

TABLA 1.1	Peso molecular y azúcares presentes en el mucílago	18
TABLA 1.2	Modelos reológicos	24
TABLA 2.1	Factores y niveles del diseño factorial $2^3$	33
TABLA 2.2	Diseño factorial $2^3$ con 4 corridas centrales	34
TABLA 3.1	Rendimiento y viscosidad	40
TABLA 3.2	Parámetros del modelo de Ostwald de Waele	41
TABLA 3.3	Datos reológicos para disoluciones de mucílago	44
TABLA 3.4	Parámetros del modelos de Ostwald de Waele para mucílago	46
TABLA 3.5	Rendimiento de mucílago	60
TABLA 3.6	Parámetros de DPT	68



# AGRADECIMIENTOS

---

A los Doctores Luis Medina Torres y Fausto Calderas García, por su confianza y conocimientos compartidos conmigo para la realización de esta tesis.

Al jurado evaluador; I.Q. Gonzalo Rafael Coello García, Dr. Luis Medina Torres, I.Q. Dominga Ortiz Bautista, M. en C. Ana Lilia Maldonado Arellano, Dr. Fausto Calderas Bautista por sus consejos y atinadas opiniones en la revisión de este trabajo.

A los maestros; Marina Caballero, Dominga Ortiz Bautista, Alejandro Rogel, Esteban MInor, Eduardo Vázquez, Ana Lilia Maldonado gracias por darme la oportunidad de aprender con Ustedes.

A mi esposo Joel Juárez Campos por la paciencia y solidaridad en este tiempo gracias por todo amor.

A mis hijos Jesús Enrique, José Joel y Viridiana son el motor que me mueve para seguir adelante hijos si se puede los amo.

A mi madre Yolanda Alcántar Cortes porque gracias a su ejemplo he podido salir adelante gracias mami.

Mis hermanos Víctor, Marisela, Gabriela, Adrián y el más pequeño pero más grande Doctor Ángel Francisco gracias por estar en mi vida.

A mis maestros y compañeros de la Fes Zaragoza Araceli Galán Quintero, Roberto González, Esteban Sortibrán, Anselmo González, Dra. Rosa María Ordoñez, Joel Juárez Campos, Leonel Enciso y a todos los de mi generación.

A los nuevos compañeros Janet Alatorre Crisantos, Rocío López, Dulce, Edgar, I.Q. Daniel Gómez por su solidaridad y compañerismo.

Al Lic. Carlos Reyes García (Q.E.P.D.) quien me animó para terminar la carrera y realizar esta tesis ¡gracias jefe donde quiera que estés siempre estarás en mi corazón¡

A mis compañeros del Instituto de la juventud quienes estuvieron apoyándome en este trabajo gracias compañeros.

Gracias a Dios y a la vida por permitirme llegar a este momento que no tiene comparación,

**Estudio del proceso de secado por  
aspersión de mucílago de nopal  
(*Opuntia ficus indica*) y su efecto en  
las propiedades reológicas**

# RESUMEN

El presente trabajo de investigación, tiene como propósito determinar los parámetros que permitan obtener polvos de mucílago de nopal con características similares al mucílago en fresco, ya que, debido a la composición del mucílago (mezcla de polisacáridos) es susceptible al ataque microbiano y esto dificulta su aplicación.

Esta sustancia exhibe comportamiento de fluido No Newtoniano, (pseudoplástico) y es importante que esta propiedad no se vea seriamente afectada durante el tratamiento (secado por aspersion)

El mucilago de nopal (*Opuntia ficus indica*) es un producto que tiene grandes propiedades, pues se puede utilizar desde la industria de la construcción hasta en la industria de los alimentos, farmacéutica y cosmética debido a sus propiedades. En este trabajo se realizaron pruebas de método de extracción, para determinar el rendimiento de los polvos, se ajustaron los resultados a los modelos reológicos que mejor se ajustaban a los datos) Modelos de Ostwald de Waele, modelo de Cross.

Los parámetros que se estudiaron fueron temperatura de entrada al secador, velocidad del aspersor (presión) y velocidad de flujo de alimentación de los polvos reconstituidos en agua destilada para determinar el efecto en la viscosidad en corte (cizalla) simple. Otras pruebas que se realizaron fueron en cizalla (corte) oscilatoria esto para determinar el efecto del secado en los módulos de almacenamiento ( $G'$ ) y pérdida ( $G''$ ) es decir, comportamiento elástico y comportamiento viscoso.

Así como se determinó el diámetro medio de partícula para observar la distribución de los polvos y determinar el diámetro medio de partícula.

En conclusión el secado por aspersion es una buena alternativa para obtener polvos de mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) con propiedades reológicas similares al mucílago en fresco pues, aunque éstas se reducen, es posible utilizar en la industria estos polvos.

# INTRODUCCIÓN

---

Los mucílagos se obtienen del tallo de vegetales, generalmente son heteropolisacáridos.

<sup>1</sup>Estudios previos han revelado que la composición química del mucílago de los cladodios de *Opuntia ficus indica*, es una mezcla compleja de polisacáridos, de los cuáles por lo menos un 50 % se encuentran como pectina.<sup>2</sup> Cuatro son los monosacáridos presentes; arabinosa, galactosa, xilosa y ramnosa <sup>1-7</sup> y uno es un ácido urónico conocido como ácido galacturónico, el cual llega a representar hasta un 23.4 % del total de los azúcares presentes.<sup>2</sup> Ésta sustancia, ha sido objeto de diversos estudios desde la década de los 70s, y debido a su comportamiento y características físico-químicas se han desarrollado diversas aplicaciones<sup>8</sup> en ramos tales como alimentos<sup>9</sup>, cosméticos, farmacéutica, construcción<sup>10</sup> y ambientales<sup>11</sup>. Medina et al., (2000)<sup>13</sup> así como Sáenz et al., (2003)<sup>4</sup> mencionan que el mucílago debe de ser considerado como una fuente potencial de hidrocoloides industriales, ya que tiene propiedades emulsificantes (goma natural).

Actualmente, son dos los problemas más importantes que se suscitan al tratar de aplicar este material, el primero es el método de extracción, el cual influye en la composición del mismo<sup>4</sup> y otro es la vida de anaquel, ya que debido a su composición y a una alta  $a_w$  (actividad de agua) tiende a ser atacado principalmente por microorganismos presentes en el ambiente, reduciendo su vida útil a unos pocos días. Una alternativa práctica de conservación del mucilago, es el secado por aspersion, esta técnica ofrece ciertos beneficios tales como: tiempos cortos de secado [s]; genera partículas esféricas; temperaturas relativamente bajas, que permiten que algunas de las propiedades de los productos tales como el sabor, color y nutrientes, sean retenidos en un alto porcentaje;<sup>13,14</sup> sirve para lechadas de sólidos que contienen partículas extremadamente finas, las cuales tienen características de fluidos no newtonianos,<sup>15</sup> siendo este el comportamiento del mucílago en fresco;<sup>12</sup> además que facilita la transportación y comercialización.

# PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

---

Actualmente el mucílago de nopal tiene una gran potencialidad y diversificación en usos. Sin embargo, debido a que el mucílago fresco (recién extraído) es susceptible al ataque microbiano, tiene una corta vida de anaquel limitando su aplicación y disponibilidad. Surge entonces la necesidad de estudiar alternativas de conservación que prolonguen la vida de anaquel y permitan mejorar las características del mucílago. El secado por aspersión puede considerarse como una alternativa para resolver el problema, ya que es un método muy utilizado en productos sensibles al calor (alimentos y productos farmacéuticos).<sup>15</sup> Esta técnica ofrece ciertos beneficios a nuestro material (tiempos cortos de secado [s], genera partículas esféricas), además de servir para lechadas de sólidos que contienen partículas extremadamente finas, las cuales tienen características de fluidos no newtonianos, siendo este el comportamiento del mucílago en fresco, que le confiere a su vez su funcionalidad, por lo cual es de suma importancia que las propiedades reológicas del mucílago no se vean seriamente afectadas durante el secado.

El factor principal que dificulta el secado del mucílago es su composición (mezcla de polisacáridos), debido a que estos componentes son termo sensibles, sensibilidad que está en función de la  $T_g$  (temperatura de transición vítrea; temperatura a la cual un polímero alimenticio amorfo es transformado a un líquido viscoso o estado gomoso del polímero amorfo).<sup>16</sup> Se conoce que las características de calidad de producto seco tales como; tamaño de partícula, densidad volumétrica, contenido de humedad, higroscopicidad, color y rendimiento dependen estrechamente de las condiciones iniciales del fluido (densidad, viscosidad y contenido de sólidos), así como de las condiciones de secado; tipo de atomizador, direccionamiento del flujo de aire, flujo de aire, temperatura de secado, presión del aire del compresor y del tipo y concentración del aditivo,<sup>15,17</sup> una buena elección y combinación de estos parámetros asegura una mejor calidad del producto seco.

# JUSTIFICACIÓN

El mucílago de los cladodios de *Opuntia ficus indica* (nopal), ha sido objeto de diversos estudios desde la década de los 70s, debido a sus múltiples aplicaciones en ramos que van desde la construcción hasta las ambientales. Esta sustancia es bien conocida en México desde siglos atrás debido a su adición en el mortero para construcción, ya que mejora las características físicas del mortero, funciona como un adhesivo orgánico que previene que el mortero seque muy rápidamente y ayuda a retener el contenido de humedad necesario que la mezcla necesita para colocarse correctamente.<sup>10</sup>

Otras aplicaciones para el mucílago de nopal, se han reportado en la literatura, tales como: coagulante natural para su aplicación en el tratamiento de aguas de consumo humano, removiendo la turbidez del agua en un rango de un 92-99 % y reduciendo el crecimiento microbiano;<sup>11</sup> como inhibidor de la corrosión de acero en medios alcalinos, donde utilizan diferentes concentraciones de una mezcla de mucílago deshidratado e hidróxido de calcio, resultando una buena inhibición de la corrosión y mejorando la durabilidad del acero;<sup>18</sup> como inhibidor de corrosión en aluminio usando extracciones acuosas, encontrando que el mucílago actúa incrementando la energía de activación de la reacción de oxidación, retardando la reacción y disminuyendo el efecto,<sup>19</sup> un estudio similar se realizó en 1983 por Salem et al., con la diferencia de que ellos evalúan el efecto de la corrosión con soluciones alcalinas de mucílago preparadas con hidróxido de sodio, concluyendo que la mejora de inhibición de corrosión se incrementa hasta en un 80%;<sup>20</sup> como aditivo en mezclas de concreto y mortero, incrementando la plasticidad del mortero, disminuyendo la permeabilidad,<sup>21</sup> acelerando el tiempo de fraguado y disminuyendo la trabajabilidad del mortero base cemento;<sup>22</sup> como película comestible para mejorar la vida de anaquel de alimentos tales como las fresas, probando diferentes formas de extracción del mucílago y midiendo el efecto de las películas en el color, textura y calidad sensorial durante nueve días de almacenamiento, dando como resultado una efectiva acción protectora.<sup>9</sup>

Aunado a lo anterior, Medina et al., (2000) Sáenz et al., (2003)<sup>4</sup> han reportado que el “mucílago de *Opuntia spp* es un componente funcional con perspectivas industriales”, mencionando que el mucílago debe ser considerado como una fuente potencial de hidrocoloides industriales, ya que tiene propiedades emulsificantes (goma natural),<sup>12</sup> puede usarse como un sustituyente de grasas y como saborizante en alimentos a la vez; además tiene un importante valor nutricional al consumirse como parte de la fibra alimenticia; se le confirieren propiedades medicinales como anti-inflamatorio, analgésico, antiviral; sirve para controlar enfermedades como el colesterol alto, diabetes, glicemia; reduce la formación de radicales libres y el riesgo de padecer ciertos tipos de cáncer.

Así mismo, podemos considerar como puntos favorables la nobleza y economía de la planta, la cual crece en zonas áridas y semiáridas de México, donde la escasez de agua podría ser una limitante para su cultivo, al mismo tiempo México es el país líder en la producción de nopal verdura, por tener la mayor superficie bajo cultivo 10,400 ha., y es líder en el comercio mundial al ser exportador a E.U.A., Canadá, Japón y países europeos.<sup>24</sup>

La potencialidad y diversificación en usos se ven un tanto limitadas hasta el momento, debido a la corta vida de anaquel del mucílago (días). Esto exige que en un futuro el mucílago sea más manejable (transportación, adquisición y almacenamiento), lo que permitirá su producción a nivel industrial. Adicionalmente el conocimiento de las propiedades reológicas de los productos reconstituidos podría auxiliarnos en la determinación de aplicaciones industriales de productos potenciales.<sup>23</sup>

# ANTECEDENTES

Las propiedades reológicas y físico-químicas del mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) ya han sido antes estudiadas por varios grupos de investigadores<sup>1-3,5-7, 12, 26,27</sup> encontrando que éste es un polisacárido de alto peso molecular de carácter polielectrólito, con una estructura molecular de más de 30,000 azúcares. Algunas contradicciones en cuanto a composición y porcentaje de los monosacáridos presentes en el mucílago se han presentado, estos problemas podrían deberse a la contaminación del mucílago con otros componentes originados en la pared celular, y/o a los métodos de purificación que no son completamente efectivos<sup>4</sup>

Algunas de las propiedades reológicas más importantes son; la viscosidad, los esfuerzos normales, la viscosidad compleja, módulo de almacenamiento y módulo de pérdidas (comportamiento al flujo viscoelástico lineal). Estas características reológicas brindan al material su comportamiento y utilidad, por lo tanto un producto seco una vez reconstituido debe de conservar en alto porcentaje la mayoría de sus propiedades y el cambio debido al tratamiento debe ser el mínimo. Mantener el comportamiento reológico adecuado del mucílago nos asegura la utilidad del mismo, una vez reconstituido, por lo tanto, es de suma importancia que las propiedades reológicas no se vean seriamente afectadas durante el secado. Tomando en cuenta las investigaciones más recientes podemos observar que los principales compuestos presentes en el mucílago de *Opuntia ficus indica* son; L-arabinosa (24.6-42 %), D-galactosa (21-40.1%), L-ramnosa (7-13.1%), D-xilosa (22-22.2%) y ácido galacturónico (8-12.7 %). La presencia de este último componente ha sido causa de confusión para varios autores quienes se han referido al mucílago como una pectina o pectinoide.

Estudios realizados por Cárdenas et al., (1997)<sup>27</sup> indican que el peso molecular promedio de este hidrocoloide es de alrededor de  $3 \times 10^6$ , un valor más pequeño que el indicado por Trachtenberg & Mayer, (1981)<sup>1</sup> de  $4.3 \times 10^6$  y algo diferente al determinado por Medina et al., (2000) de  $2.3 \times 10^4$ . Las diferencias en las técnicas de extracción y contaminación del mucílago con otros componentes celulares podrían

explicar estos resultados.<sup>4</sup>Otros autores han realizado estudios en métodos de extracción y purificación del mucílago. La mayoría de ellos homogenizan el extracto del cactus con agua y usan etanol absoluto para sus precipitaciones.<sup>1, 27-29</sup> Como propuesta Nobel et al., (1992)<sup>30</sup> cambian el solvente precipitante por 2-propanol. Medina et al., (2000)<sup>12</sup> modifican el procedimiento de extracción propuesto por McGarvie & Parolis (1979)<sup>5</sup>, los autores maceran la pulpa obtenida de los tallos, posteriormente centrifugan, decantan y precipitan el mucílago en acetona (1:2). El precipitado se lava con 2-propanol y finalmente es secado. El rendimiento de mucílago seco con referencia a los cladodios frescos reportado por algunos autores son los siguientes; 0.07%<sup>27</sup> y 1.2 %<sup>31</sup>.

Cai et al., (2007)<sup>32</sup>, realizan un estudio en cuanto a la extracción, purificación, y caracterización de los polisacáridos de *Opuntia milpa alta*, evalúan la combinación de tres factores; proporción de agua a materia en bruto, temperatura y tiempo de extracción, ellos emplean una metodología de superficie respuesta para maximizar el rendimiento de mucílago obtenido por la combinación de estos tres factores, concluyen que el máximo rendimiento se da a una temperatura de extracción de 86.1 °C, con un tiempo de 3.6 h y una proporción de agua de 3.72:1 encontrando efectos significativos de los factores en cuanto al rendimiento. Por otro lado Sepúlveda et al. (2006)<sup>33</sup>, hacen un estudio similar al anterior para evaluar la extracción de mucílago en medio acuoso, ellos toman en cuenta la temperatura y tiempo de extracción y proporción agua-materia, además prueban la precipitación del mucílago con dos tipos de alcoholes; alcohol isopropílico y etanol ambos al 95 %, los resultados del ANOVA a sus tratamientos no arrojan diferencia significativa entre tratamientos con un nivel de significancia de 0.05, concluyendo que los factores no afectan el rendimiento de mucílago, un resultado que se confronta con los resultados de Cai<sup>32</sup>, estos resultados pueden deberse a algunas diferencias en la metodología de ambos grupos de investigación.

En cuanto al comportamiento reológico del mucílago de *Opuntia*, Sáenz et al., (1992)<sup>34</sup> hacen un estudio preliminar para determinar la influencia del pH en el comportamiento reológico de dispersiones de mucílago (obtenido de la piel de la tuna), encontrando que la viscosidad de las dispersiones se incrementa cuando el pH

incrementa, llegando a un máximo de pH de 6.6. Cárdenas et al., (1997)<sup>27</sup> evalúan el comportamiento reológico de mucílago extraído de tallos de *Opuntia*, haciendo pruebas reológicas de cizalla estacionaria en soluciones de mucílago concentrado (0.4% a 5.8% w/w; NaCl 0.1 M a 20 °C), encontrando que las soluciones muestran un comportamiento de fluido no newtoniano y de dilución por corte (Pseudoplástico), el cual viene haciéndose más pronunciado conforme la concentración de mucílago aumenta. Estos autores usan un modelo no lineal (Ecuación Cross) para describir la viscosidad de la solución para cualquier velocidad de corte.

Por otro lado, Medina et al., (2000)<sup>12</sup> también observaron un comportamiento de fluido no newtoniano del tipo pseudoplástico en soluciones acuosas de mucílago (extraído de tallos de *Opuntia ficus indica*), ellos utilizan la ley de la potencia o modelo de Ostwald de Waele para correlacionar los datos de viscosidad contra velocidad de corte. Asimismo, observaron que las soluciones acuosas de mucílago tenían propiedades elásticas muy altas, similares a las de polímeros sintéticos tal como el poli-isobutileno. En resumen, se ha encontrado que la viscosidad en cizalla simple es función de la concentración de mucílago, temperatura, pH y fuerza iónica.<sup>4</sup>

Con respecto al secado de mucílago de nopal se tienen pocos antecedentes, los estudios más cercanos son los de Medina et al., (2007; 2010)<sup>35</sup> quienes evaluaron cinéticas de secado de nopal usando tres diferentes métodos (secado convectivo, osmótico y combinación de ambos) y el efecto sobre las propiedades mecánicas, concluyendo que el secado convectivo era el método que mejores resultados dio para el experimento, cabe aclarar que ellos utilizaron el nopal completo (pericarpio, pulpa, fibras, mucílago, etc.).

Moßhammer et al., (2006)<sup>36</sup> evaluaron diferentes métodos para la producción de concentrados de jugo y polvos de tuna, destacando que ellos utilizan un procedimiento no térmico para la producción de los concentrados y polvos, aplicando un secado por congelación en un evaporador rotatorio (nivel laboratorio) y comparando las características de su producto (contenido de humedad, contenido de fructosa y glucosa, color y retención de betalaina) con los obtenidos en un evaporador de columna (escala de planta piloto) y con polvos de un secado por aspersion. En conclusión, con el trabajo de estos investigadores se observa que el secado por

aspersión no presenta diferencias significativas en las características medidas en sus concentrados y polvos, comparados con los otros métodos, además tiene la particularidad de ser más económico que los demás, claro que para poder llevarlo a cabo los autores utilizan maltodextrina como agente encapsulante, recomendando una proporción de 1.5 partes de maltodextrina (previamente disuelta en 1 parte de agua) por 1 parte de concentrado, además usan temperaturas de aire a la entrada de 165 °C y de 90°C a la salida.

Otra investigación muy similar fue la llevada a cabo por Rodríguez et al., (2005)<sup>17</sup> quienes secaron por aspersión jugo de fruta de tuna (*Opuntia streptacantha*), evaluando el efecto del secado en las propiedades fisicoquímicas (color, retención de vitamina C, contenido de humedad y pH), obteniendo un jugo de tuna reconstituido con propiedades fisicoquímicas muy similares al natural, al mismo tiempo obtuvieron que las propiedades son función de la temperatura de secado, presión de aire del compresor y del tipo y concentración de maltodextrina.

La investigación más cercana y que sirve como base para el secado por aspersión fue realizada por Orozco et al., (2007)<sup>37</sup> ellos utilizaron un secador por aspersión de laboratorio marca Büchi B-290 de flujo de aire concurrente y con boquilla de dos fluidos (aire a presión-mucílago), su mucílago lo obtuvieron por molienda de cladodios tiernos (3-5 meses) y con una clarificación en un centrífuga de discos a 20000 rpm, el mucílago clarificado lo concentraron utilizando un equipo de ultrafiltración con cortes moleculares de 10 y 100 kDa, posteriormente evaluaron diferentes condiciones de secado para el mucílago concentrado, variando temperatura de secado, flujo de alimentación de mucílago y flujo de aire, encontrando los siguientes intervalos a través de los cuales se logra un secado exitoso: temperatura del aire de secado de 120 a 170 °C; flujo de alimentación del aire de secado de 7 m<sup>3</sup>/h; presión de atomización de 50 psi y flujo de alimentación de mucílago concentrado de 0 a 0.1 L/h. También evaluaron el comportamiento viscoso de los polvos resuspendidos a una concentración de 10 g/L, encontrando un valor promedio de (n) de 0.6 y (K) promedio de 25 mPa.s<sup>n</sup>. Por lo anterior, una alternativa interesante y prometedora es el secado por aspersión del mucílago de nopal y evaluar sus propiedades reológicas

de los polvos resuspendidos, con posibles aplicaciones en la industria como agentes espesantes, gelantes y encapsulantes.

Este es el trabajo más apegado a nuestra investigación y que nos sirve como punto de partida, ya que es posible secar mucilago sin la necesidad de usar agentes externos y arroja rangos de operación que pueden escalarse para el secador piloto marca NIRO ATOMIZER. del CIIDIR (Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional IPN) Unidad Oaxaca.

# HIPÓTESIS

---

El comportamiento de fluido no newtoniano (pseudoplástico) del mucílago de nopal no es afectado significativamente durante el secado por aspersión.

- Los polvos de mucílago resuspendidos a diferentes concentraciones mostrarán propiedades de flujo elástico (N1) similares al del mucilago fresco.
- La temperatura de secado y el flujo de alimentación son las variables independientes que mayor influencia tienen sobre la estructura molecular del mucílago y en consecuencia sobre las propiedades reológicas.
- El modelo de Ostwald de Waele es adecuado para describir el comportamiento de la viscosidad del producto reconstituido.
- El mucilago presentara a las diferentes concentraciones propiedades espesantes, es decir, ( $G'' > G'$ ).

# OBJETIVO GENERAL

---

- Evaluar el efecto de las condiciones de secado por aspersión sobre el comportamiento termomecánico al flujo del mucílago de nopal reconstituido (*Opuntia ficus-indica*).

# OBJETIVOS ESPECIFICOS

---

- Determinar los parámetros de las variables de secado por aspersión (temperatura de secado, presión de atomización y flujo de alimentación) que permitan obtener polvos con propiedades reológicas similares al original.
- Determinar el comportamiento reológico al flujo en cizalla simple a fin de mejorar el proceso de secado en base a la respuesta mecánica del material.
- Correlacionar los datos experimentales de viscosidad con un modelo fenomenológico (FNG) que permita describir el comportamiento viscoso del mucílago de nopal reconstituido.
- Determinar las propiedades viscoelásticas de mucílago resuspendidos aplicando pruebas reológicas de flujo oscilatorio.

# Capítulo 1

## MARCO TEORICO

### **1.1 ANTECEDENTES *Opuntia ficus indica***

Roberto Kiesling en su artículo “Origen, Domesticación y Distribución de *Opuntia ficus indica*” concluye: --La *O. ficus-indica* es el resultado de la selección realizada desde hace 8-9000 años en el actual México y que continúa hasta hoy (Fig. 1.1). Posiblemente, a partir del diploide silvestre, se originó un (alo-) tetraploide más vigoroso, con mejores características para las tribus recolectoras, al que protegieron o cultivaron. Este proceso y las retrocruzas con las plantas silvestres habrían producido grandes anomalías genéticas, resultando un aumento de la ploidía en las plantas cultivadas y silvestres, hasta llegar a octoploides ( $2n=88$ ), con plantas aún más vigorosas, de las que se seleccionaron las de frutos mayores y de mejor sabor. A la llegada de los españoles, este proceso ya se habría realizado. Resumiendo, se considera que esta especie, o grupo de especies, es el resultado de una prolongada selección, con cruza y retrocruza que produjeron este alto y homogéneo nivel de ploidía, único en el género.



Fig.- 1.1 *Opuntia ficus indica* (L.) Mill.

## 1.2 MUCÍLAGO

La producción de mucílagos, comúnmente referidos como pectina de polisacáridos, es característica de los miembros de la familia de las Cactáceas. La composición química del mucílago de nopal *opuntia ficus-Índica*, ha sido sujeto de varios estudios (Tabla 1.1), por ejemplo; Amin et al. (1970)<sup>38</sup> encontraron que el mucílago era un polisacárido neutral que contenía arabinosa, ramnosa, galactosa y xilosa. Por otro lado Paulsen & Lund (1979)<sup>29</sup> reportaron que el extracto de *opuntia ficus Índica* era una mezcla de un glucano neutral, glicoproteínas y un polisacárido ácido compuesto de L-arabinosa, D-galactosa, L-ramnosa, D-xilosa y ácido D-galacturónico. De acuerdo a Trachtenberg & Mayer (1981)<sup>1</sup>, el mucílago es un polisacárido, que contiene 10 % de ácido urónico, arabinosa, galactosa, ramnosa y xilosa. La composición del mucílago de nopal fue bastante similar para Madjdoub et al., (2001)<sup>3</sup> compuesto principalmente de L-arabinosa, D-galactosa, D-xilosa y 19.4% de ácido urónico. McGarvie & Parolis (1981a, b)<sup>6,7</sup> encontraron que el mucílago de nopal está compuesto de una familia de polisacáridos altamente ramificados. Ellos consideran una estructura de unidades de ácido  $\alpha$ - D-galacturónico unidas 1 $\rightarrow$ 2 a unidades de  $\beta$ -L-ramnosa enlazadas 1 $\rightarrow$ 4 con ramificaciones en el C-4, las ramificaciones de oligosacáridos de galactosa las cuales llevan L-arabinosa y D-xilosa como sustituyentes (Fig.1-2).El Mucílago de nopal en la actualidad encuentra múltiples aplicaciones en ramos tales como la industria de los alimentos, cosméticos y farmacéutica, construcción y ambiental, entre otras más que surgen con forme avanza la investigación sobre sus propiedades .McGarvie & Parolis, (1981)<sup>7</sup> proponen una estructura de enlace para los polisacáridos altamente ramificados en el mucílago, formada de unidades de ácido  $\alpha$ -D-galacturónico unidas 1 $\rightarrow$ 2 a unidades de  $\beta$ -L-ramnosa enlazada 1 $\rightarrow$ 4 con ramificaciones en el C-4, las ramificaciones son oligosacáridos de galactosa que llevan L-arabinosa y D-xilosa como sustituyentes.



Tabla 1.1.- Peso Molecular (MW), azúcares y ácido urónico presentes en el mucílago de *Opuntia ficus indica*.<sup>4</sup>

Autor	MW	Galactosa	Ramnosa	Arabinosa	Xilosa	Ácido urónico	Galactosa/arabinosa
Goycoolea y Cols. (2000)		+	+	+	+		2/3
Cárdenas y Cols. (1997)	3 x 10 <sup>6</sup>						
Sáenz & Sepúlveda (1993)		+	+	+		+	
Sáenz y Cols. (1992)		+	+	+		+	
Trachtenberg & Mayer (1982b)	1.56 x 10 <sup>6</sup>						
Mc Garvie&Parolis (1981a)		+	+	+	+	+	
Mc Garvie&Parolis (1981b)		+		+	+		1.5/3
Trachtenberg & Mayer (1981)	4.3 x 10 <sup>6</sup>	+	+	+	+	+	4.9/3
Mc Garvie&Parolis (1979)		+	+	+	+	+	1.3/3
Paulsen & Lund (1979)		+	+	+	+	+	2.3/3
Saag y Cols. (1975)		+	+	+	+	+	3.5/3
Srivastava&Pande (1974)		+		+			3/1
Medina 2000	2.3 x 10 <sup>6</sup>	+	+	+	+		

### 1.3 SECADO POR ASPERSIÓN.

En un secado por aspersión una solución líquida se dispersa dentro de una cámara de secado, entrando en contacto con aire caliente, tal que el líquido se evapora dejando pequeños gránulos esféricos como producto. El sistema de aspersión puede usar energía de presión con boquillas de presión, energía cinética con boquillas dedos fluidos o atomización neumática o energía centrífuga utilizando discos rotativos. En cualquier caso, el objetivo principal busca crear la máxima superficie posible para la evaporación con un tamaño de gota lo más homogéneo posible. El atomizador de rueda giratoria (Figura 1.3), es una caja parcialmente cerrada, rotatoria en un eje de simetría, la alimentación entra cerca del centro y es acelerada por una

fuerza centrífuga que la hace pasar por aletas hacia la periferia. Los atomizadores de ruedas industriales se manejan por motores eléctricos usando un cinturón o caja de cambios, teniendo un diámetro de 150-400 mm y una velocidad de rotación de 7000-15000 rpm. Estos sistemas arrojan gotas con un diámetro promedio de 180  $\mu\text{m}$ . Los tiempos de residencia en un secador contracorriente varían de 30 a 60 segundos.<sup>39</sup>

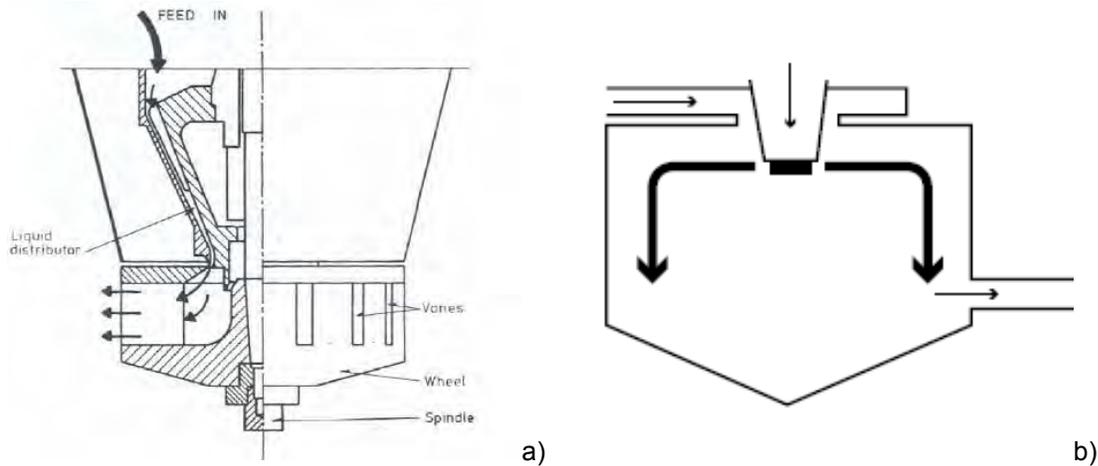


Fig.- 1.3a) Ensamblaje de una rueda giratoria con distribuidor líquido, con aletas radiales rectangulares. b) Diagrama para un secador por aspersión con aspersion rotatorio.<sup>39</sup>

## 1.4 REOLOGÍA

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

Otras definiciones:

- ❖ La Reología es la ciencia que estudia la relación entre el esfuerzo y la deformación a través de relaciones matemáticas constitutivas reológicas de estado.
- ❖ La Reología es el estudio de los cambios en forma y el flujo de la materia abarcando la elasticidad, viscosidad, y plasticidad (Webster).

■

### 1.4.1 Viscosidad

La *viscosidad* se puede definir como una medida de la resistencia a la deformación del fluido. La Ley de Newton relaciona el esfuerzo cortante con la velocidad de deformación (gradiente de velocidad).

$$\tau_{yx} = -\mu \cdot \frac{dv_x}{dy} \quad \text{Ecuación 1-1}$$

Donde;

$\tau_{yx}$  : esfuerzo cortante [mPa].

$\mu$  : Viscosidad [mPa·s]

$\frac{dv_x}{dy}$  : Velocidad de deformación [ $s^{-1}$ ]

### 1.4.2 Fluidos

Un fluido se define como una sustancia que se deforma continuamente bajo la aplicación de esfuerzos cortantes. Las propiedades reológicas se definen a partir de la relación existente entre fuerza o sistema de fuerzas externas y su respuesta, ya sea como deformación o flujo. Todo fluido se va deformar en mayor o menor medida al someterse a un sistema de fuerzas externas. Dicho sistema de fuerzas se representa matemáticamente mediante el esfuerzo cortante “ $\tau_{yx}$ ”, mientras que la respuesta dinámica del fluido se cuantifica mediante la velocidad de deformación “

$\frac{dv_x}{dy}$ ”.

### 1.4.2.1 Tipos de Fluidos

Existen 3 tipos de fluidos (Figura 1.4):

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

La fig. 1.4 muestra el esquema de los tipos de fluidos.

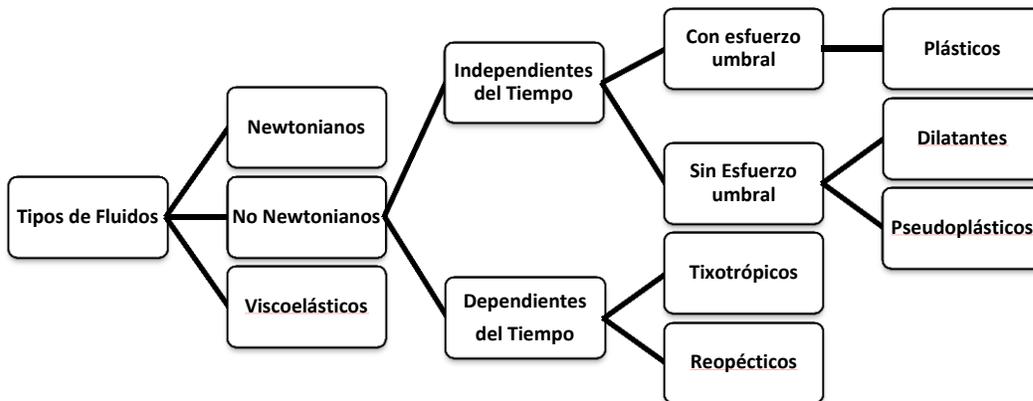


Fig.- 1.4 Clasificación de los fluidos

### 1.4.3 Fluidos no Newtonianos (pseudoplásticos)

Este tipo de fluidos se caracterizan por una disminución de su viscosidad, y de su esfuerzo cortante, con la velocidad de deformación. Su comportamiento se puede observar en las figuras 1.5

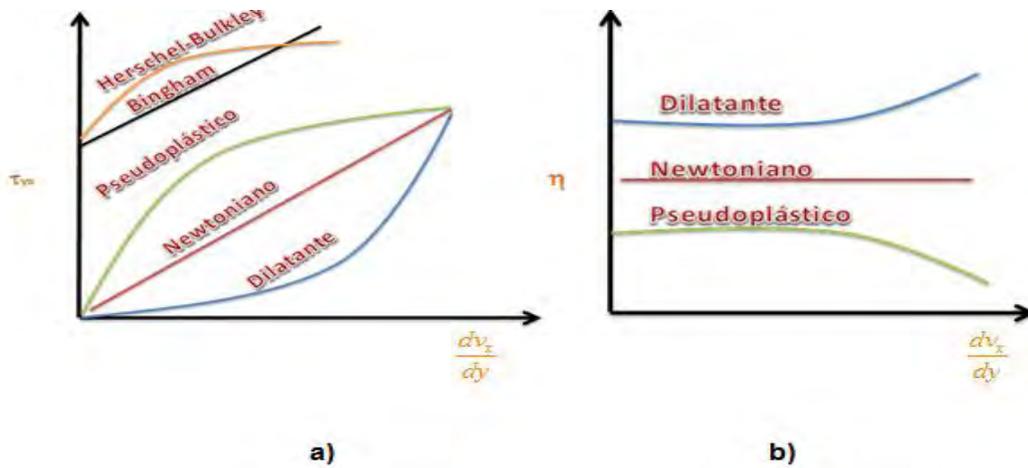


Fig.- 1.5 a) Gráfica de esfuerzo cortante contra velocidad de corte en fluidos newtonianos y no newtonianos independiente del tiempo.<sup>41</sup> b) Gráfica de viscosidad aparente contra velocidad de corte en fluidos newtonianos y no newtoniano independiente del tiempo.<sup>41</sup>

### 1.4.3.1 Ley de la Potencia (Ostwald)

$$\tau_{yx} = -K \cdot \frac{dv_x}{dy}^n = K \left| \frac{dv_x}{dy} \right|^{n-1} \cdot \frac{dv_x}{dy}$$

Ecuación 1.2

Donde:

$\tau_{yx}$ : el esfuerzo cortante [mPa]

$\frac{dv_x}{dy}$  : la velocidad de deformación [s<sup>-1</sup>]

K: constante cuyas dimensiones dependen del valor de n (viscosidad aparente)

n: valor entero menor que uno.

Se puede calcular el valor de "n" representando la ecuación en escala logarítmica:

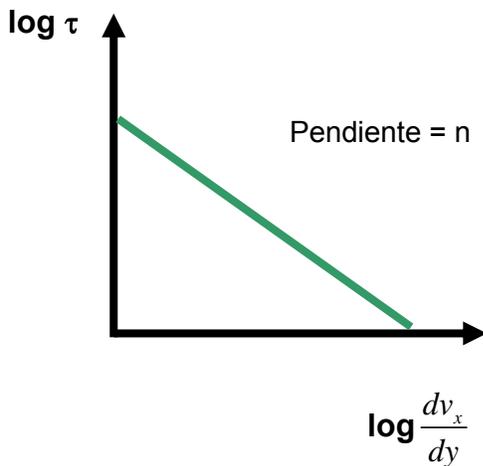


Fig.- 1.6 Representación de la Ley de la potencia en una gráfica de ejes logarítmicos.<sup>42</sup>

La ordenada en el origen que se obtiene representa el valor de K. A continuación se muestra una tabla con modelos reológicos para fluidos independientes del tiempo.

Tabla.- 1.2 Modelos reológicos para fluidos no newtonianos independientes del tiempo.<sup>42</sup>

Modelo (Fuente)	Ecuación
Casson (Casson, 1959)	$\sigma^{0.5} = (\sigma_0)^{0.5} + K_1(\dot{\gamma})^{0.5}$
Modified Casson (Mizrahi & Berk, 1972)	$\sigma^{0.5} = (\sigma_0)^{0.5} + K_1(\dot{\gamma})^{\eta_1}$
Ellis (Ellis, 1927)	$\dot{\gamma} = K_1\sigma + K_2(\sigma)^{\eta_1}$
Generalized Herschel-Bulkley (Ofoli y Cols., 1987)	$\sigma^{\eta_1} = (\sigma_0)^{\eta_1} + K_1(\dot{\gamma})^{\eta_2}$
Vocadlo (Parzonka & Vocadlo, 1968)	$\sigma = \left( (\sigma_0)^{1/\eta_1} + K_1(\dot{\gamma}) \right)^{\eta_1}$
Power Series (Whorlow, 1992)	$\dot{\gamma} = K_1\sigma + K_2(\sigma)^3 + K_3(\sigma)^5 \dots$
	$\dot{\sigma} = K_1\dot{\gamma} + K_2(\dot{\gamma})^3 + K_3(\dot{\gamma})^5 \dots$
Carreau (Carreau, 1968)	$\eta = \eta_\infty - (\eta_0 - \eta_\infty) \left[ 1 + (K_1\dot{\gamma})^2 \right]^{-(\eta-1)/2}$
Cross (Cross, 1965)	$\eta = \eta_\infty + \frac{(\eta_0 - \eta_\infty)}{1 + (K_1\dot{\gamma})^\eta}$
Van Wazer (Van Wazer, 1963)	$\eta = \eta_\infty + \frac{(\eta_0 - \eta_\infty)}{1 + K_1\dot{\gamma} + K_2\dot{\gamma}^{\eta_1}}$
Powell-Eyring (Powell & Eyring, 1944)	$\sigma = K_1\dot{\gamma} + \left( \frac{1}{K_2} \right) \sinh^{-1} K_3\dot{\gamma}$
Reiner Philipoff (Philipoff, 1935)	$\sigma = \left( \eta_\infty + \frac{(\eta_0 - \eta_\infty)}{1 + \left( \frac{\sigma^2}{K_1} \right)} \right) \dot{\gamma}$
K1, K2, K3 son constantes arbitrarias y n1, n2 son índices de potencia, determinadas de datos experimentales.	

#### **1.4.4 Viscoelasticidad**

La mayoría de los materiales manifiestan simultáneamente flujo viscoso y elasticidad, fenómeno denominado viscoelasticidad. Estos materiales se caracterizan por la presencia de una estructura tridimensional incompleta que se destruye por aplicación de un esfuerzo y sólo se recupera parcialmente cuando el esfuerzo es removido. Mientras más completa y resistente a la ruptura es la estructura, más pronunciada es su elasticidad, y mientras más fácil se rompa su estructura, mayor es su comportamiento viscoso. En el caso de materiales viscoelásticos, una de sus características más importantes es la dependencia del tiempo de la respuesta a ciertos esfuerzos (tensiones) y deformaciones, aplicados.

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

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

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

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

Donde, tenemos que:

$G$  = Módulo de rigidez

$G'$  = Módulo de almacenamiento

$G''$  = Módulo de pérdida

$\eta_0$  = Viscosidad a bajas velocidades de cizalla simple

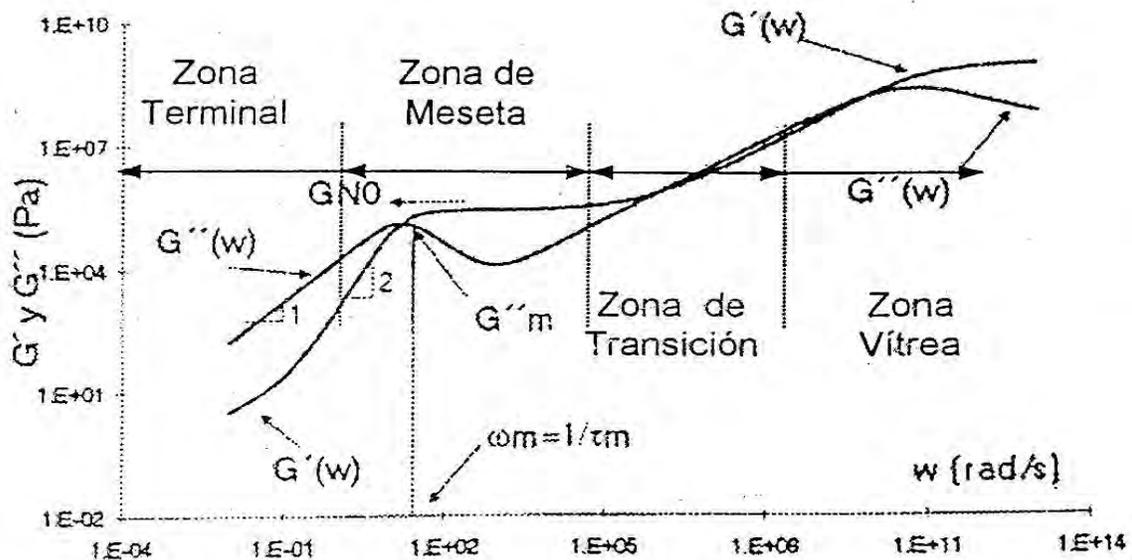
$\lambda$  = tiempo de relajación de esfuerzos

$\omega$  = Frecuencia de oscilación

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

Para la mayoría de las macromoléculas (por encima del peso molecular crítico  $M_C$ , el cual se define como el peso molecular en donde se empiezan a observar

interacciones entre cadenas) se han identificado cuatro zonas viscoelásticas: vítrea, transición, meseta o plástica, y terminal o de flujo (ver Figura 1.7). Donde, la zona terminal está representada a bajas frecuencias y tiene como características generales pendientes de 1 para  $G''$  y 2 para  $G'$  en escala logarítmica: la zona de Terminal sigue a la zona de meseta y empieza por un máximo en  $G'$  ( $\omega$ ) denominado  $G''_m$  y se presenta en una frecuencia  $\omega_m$ ; luego  $G''$  pasa por un mínimo para volver a aumentar, en esta zona  $G'$  permanece relativamente constante y se denomina como módulo de meseta ( $G_n^0$ ); en la zona de transición  $G''$  vuelve a ser mayor que  $G'$ , y por último, en el inicio de la zona vítrea vuelven a cruzarse  $G'$  y  $G''$ , siendo  $G''$  menor que  $G'$ , la cual se vuelve casi constante.



[1] Figura 1.7 Curva maestra para los módulos de almacenamiento y de pérdida en el dominio de la frecuencia Macosko CW (1994) Rheology principles, measurements and. applications, Wiley-VCH. (109-139.).

Con lo descrito anteriormente, se puede observar en los espectros dos tiempos de relajamiento: en la región de transición, para tiempos de relajación cortos; y en la terminal, para tiempos de relajación largos. En la zona de transición las propiedades viscoelásticas están dominadas por rearrreglos de segmentos moleculares, los cuales son lo suficientemente cortos para no depender tanto de entrecruzamientos con otras cadenas, como del peso molecular de dichas cadenas. En cambio, en la zona

terminal y de meseta las propiedades son dominadas por diferentes factores que imponen al sistema restricciones topológicas, como es la presencia de una red de entrecruzamientos, las cuales impiden de manera significativa movimientos, configuraciones de largo alcance. Por lo tanto, en el estudio de estos procesos de relajación más lentos se deben considerar tanto el peso molecular como la distribución del peso molecular de las cadenas del sistema.

#### **1.4.4.1 Métodos de determinación de Viscoelasticidad**

En reología, los métodos para determinar las funciones viscoelásticas lineales de materiales se caracterizan por ser de baja deformación o de bajo esfuerzo, se pueden dividir en dos categorías:

- a) Métodos estáticos. Entre los que se pueden mencionar la prueba relajación esfuerzo (stress-relaxation) y la de esfuerzo (tensión) constante (creep).
- b) Métodos oscilatorios o dinámicos. Involucran la aplicación ya sea de un esfuerzo o de una deformación oscilatoria.

##### **1.4.4.1.1 Prueba dinámica**

Estas pruebas se han convertido en el método más común de estudio del comportamiento viscoelástico, debido a que aportan resultados rápidos con mínimos cambios físicos y químicos.

El desarrollo de las ecuaciones para describir las pruebas dinámicas se basa en ciertas suposiciones:

- 1) La deformación es la misma en todos los puntos de la muestra
- 2) La inercia de la muestra es despreciable
- 3) El material se comporta como una sustancia viscoelástica lineal

En esta pruebas, las muestras se someten a un comportamiento que varía armónicamente con el tiempo (movimiento oscilatorio), utilizando geometrías específicas, sólo se pueden aplicar deformaciones (o esfuerzos) considerados bajos para no exceder el intervalo de viscoelasticidad lineal que hace la recuperación completa imposibles.

# Capítulo 2

## MARCO METODOLÓGICO

---

### 2.1 DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

Como el objetivo de esta investigación es conocer los efectos de las condiciones de secado sobre las propiedades reológicas del mucílago (comportamiento viscoso y propiedades viscoelásticas), se debe de hacer un diseño experimental que permita conocer los efectos de las variables independientes así como los efectos por interacción entre ellas. De acuerdo a Montgomery<sup>43</sup> las pautas para definir un diseño experimental son las siguientes:

- I. Identificación y exposición del problema
- II. Elección de los factores, los niveles y los rangos
- III. Selección de la variable respuesta
- IV. Elección del diseño experimental
- V. Realización del experimento
- VI. Análisis estadístico de datos
- VII. Conclusiones y recomendaciones

Aplicando la metodología para nuestro caso tenemos:

1.-*Identificación y exposición del problema*: este se visualiza de una manera más concreta por medio de un diagrama de causa-efecto (Figura2.1). En este esquema la problemática es la corta vida de anaquel del mucílago en fresco (efecto) y las causas están encerrados en los rectángulos periféricos que se dirigen al centro; reacciones enzimáticas y no enzimáticas, composición química, edad, pH, ataque por microorganismo (principalmente hongos), condiciones ambientales (humedad relativa, temperatura, presión), actividad de agua. Con la ayuda del diagrama causa-efecto podemos seleccionar las variables independientes de mayor impacto para nuestro material, delimitando así nuestro estudio, por lo tanto: las reacciones enzimáticas y no enzimáticas, pueden descartarse por su escasa participación en el deterioro del material.

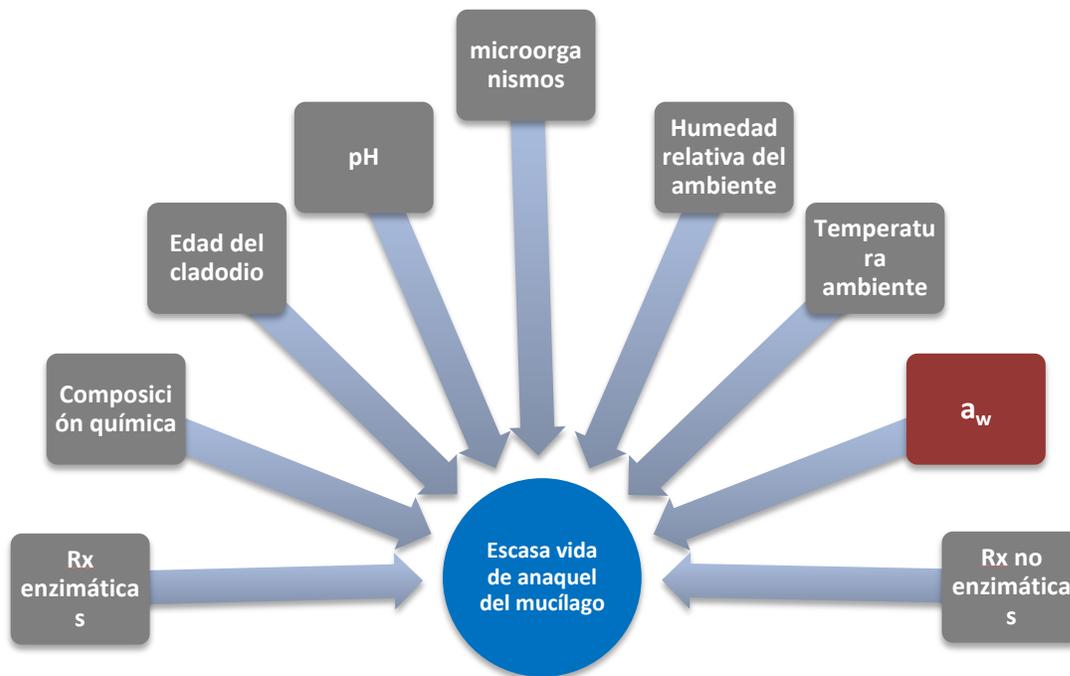


Fig. 2.1 Diagrama causa-efecto para el análisis de la problemática del mucílago de *Opuntia f.*

El pH y la composición química quedan fuera, ya que estas características son inherentes al material, el ataque por microorganismos y las condiciones del ambiente se descartan por estar fuera de nuestro control, aunque existe la posibilidad de crear condiciones que permitan un incremento en la vida útil, estas serían muy costosas, de bajo impacto y hasta perjudiciales para nuestro material. Ahora, solo nos quedan la actividad de agua y la edad de los cladodios, descartamos la edad por ser una variable que podemos mantener constante y por último nos queda atacar la actividad de agua, por lo cual un secado es un método excelente de reducir este parámetro, de acuerdo a las características del mucílago como fluido se hace una elección del método de secado de acuerdo a los parámetros citados por Perry & Green, (2003)<sup>15</sup>, tres métodos de secado podrían ser considerados para este tipo de material; un secado en un evaporador rotatorio al vacío, una liofilización y un secado por aspersión. Descartamos el evaporador rotatorio por el tiempo que toma y por no ser apropiado para productos que forman polvos que se pegan en las paredes, la liofilización es un método que ya se ha utilizado por algunos autores, pero debido a su

alto coste, así como a su poca productividad no podría ser considerado para la producción de polvos de mucílago a niveles industriales, por lo tanto, el secado por aspersión es el que mayores características cubre.

2.-Elección de los factores los niveles y los rangos: para la elección de estas variables podemos realizar un análisis similar al anterior, nos basamos en un diagrama causa-efecto (Figura 2.2), el efecto es la calidad de nuestro producto seco “polvos de mucílago” y las causas o variables independientes que podemos hacer variar para influir en la calidad son los rectángulos del alrededor, estos parámetros ya han sido estudiados y son reportados en literatura.<sup>13, 15, 17, 36, 37,39</sup>

Haciendo un análisis de estas variables, podemos ir descartando y enfatizando otras; el tipo de aspersor, el flujo de aire y la forma de direccionamiento se descartan ya que estos parámetros ya son constantes para el equipo a utilizar (NIRO/Minor), tanto la composición química como las propiedades físicas de la alimentación se consideran como constantes ya que se pretende utilizar una metodología de extracción para todas las pruebas, quedando solo tres factores que podemos manipular; presión de atomización, flujo de aire de secado y temperatura de secado.

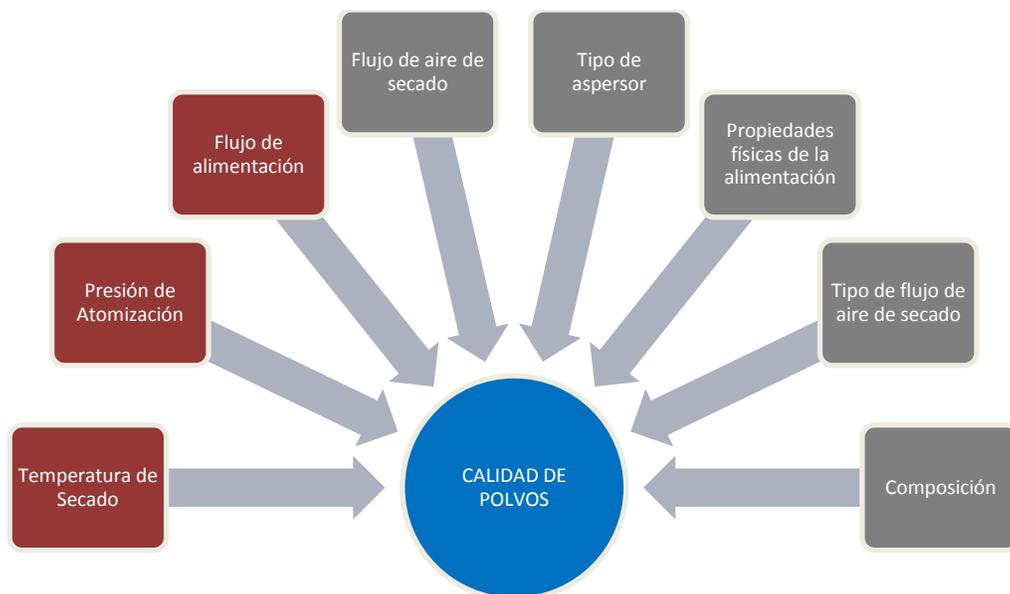


Fig.-2.2 Diagrama para la elección de factores perturbadores de la calidad de los polvos de *Opuntia ficus*.

3.-*Selección de la variable respuesta:* para evaluar la calidad de los “polvos de mucílago”, se tienen por lo menos seis variables respuesta que podemos medir:

- I. Tamaño de partícula
- II. Humedad
- III. Color
- IV. Reología del producto en suspensión  
(Comportamiento viscoso y viscoelástico)
- V. Densidad volumétrica
- VI. Rendimiento

Donde las variables respuesta de mayor importancia son el tamaño de partícula, la densidad y el rendimiento.<sup>15</sup> Para nuestro caso mediremos rendimiento, y las características reológicas del producto, ya que son las que le conceden su tan amplia utilidad.

4.- *Elección del diseño experimental:* para esta investigación un diseño factorial  $2^k$ , ampliado con corridas centrales es el que mejor correspondencia nos brinda, ya que nos permite observar los efectos principales para cada uno de los factores, así como el efecto combinado, el aumento de las corridas centrales se hace para conocer la curvatura del proceso así como para determinar mejor el error experimental.<sup>43</sup>

Otras de las ventajas de este diseño son los siguientes:

- Más eficiente que el análisis de un solo factor.
- Permite la estimación de los efectos de un factor con varios niveles de los factores restantes, produciendo conclusiones que son válidas para un rango de condiciones experimentales.
- Tamaño reducido de muestra y complejidad del diseño.
- Da cierta protección contra la curvatura que puede disfrazar los efectos principales.
- Agregando algunas corridas axiales y centrales podemos llegar a un modelo por MSR.

- Apropiado para etapas iniciales del trabajo experimental, sirve para seleccionar factores.
- Nos mantiene discreto el número de experimentaciones a comparación de un  $3^k$  en donde se triplican los experimentos para un mismo número de factores con parado con un  $2^k$ .

De acuerdo a éste análisis, podemos concluir con la siguiente estructura experimental:

Número de Niveles=2

Número de Factores=3

Número de puntos centrales=4

$$2^3 = 8 \xrightarrow{n=2} 16 + 4 = 20$$

Total de experimentos=20 + 1 muestra patrón (liofilizada) = **21**

Tabla.-2.1 Factores y niveles del diseño factorial  $2^3$

Factor	Nivel (-1)	Nivel (0)	Nivel (+1)
(A) en °C	120	145	170
(B) en kPa	450	500	550
(C) en L/h	2	2.5	3

A=Temperatura de aire de entrada

B=Presión de atomización

C=Flujo de alimentación de mucílago

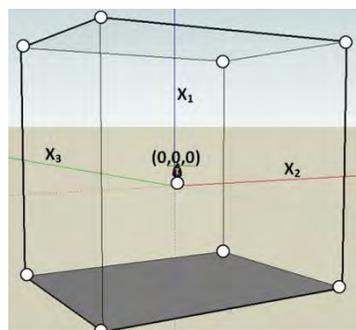


Fig.-2.3 Diseño Factorial  $2^3$  con puntos centrales

Tabla 2.2 Diseño factorial  $2^3$  con 4 corridas centrales

Variables naturales			Variables codificadas		
A	B	C	$X_1$	$X_2$	$X_3$
120	450	2	-1	-1	-1
170	450	2	+1	-1	-1
120	550	2	-1	+1	-1
170	550	2	+1	+1	-1
120	450	3	-1	-1	+1
170	450	3	+1	-1	+1
120	550	3	-1	+1	+1
170	550	3	+1	+1	+1
145	500	2.5	0	0	0
145	500	2.5	0	0	0
145	500	2.5	0	0	0
145	500	2.5	0	0	0

## 2.2 MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.2.1 Material

Los cladodios serán recolectados de forma aleatoria en un rango de edad aproximada de 24-36 meses, del Municipio de Apan del Edo de Hidalgo.

### 2.2.2 Extracción de mucílago

En cuanto a la metodología de extracción existe diferencias de purificación del mucílago, Sáenz<sup>3</sup> nos dice que estas diferencias podrían estar afectando la variabilidad en los resultados de identificación de compuestos presentes. La mayoría utiliza como primer paso una molienda de los cladodios y una extracción acuosa, posteriormente usan diferentes solventes (etanol, acetona, éter de petróleo) y equipos de purificación (filtros, centrifugas, etc.). Para nuestro caso solo necesitamos la primera parte, comenzaremos lavando los cladodios en chorros de agua utilizando un cepillo de cerdas plásticas, luego se cortarán los cladodios en trozos pequeños de

aproximadamente 0.2 cm<sup>3</sup>. Posteriormente se usarán como base las condiciones de extracción recomendadas por Cai; temperatura de extracción= 86°C, tiempo de extracción=3.6 h y proporción agua-cladodio= 3.73:1.<sup>32</sup> El mucílago extraído se obtiene por decantación, separándola de la masa sólida.

### 2.2.3 Tipo de secador

Para el secado por aspersion, se usará un secador piloto de la marca **NIRO-atomizer**, con las siguientes características:

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

## 2.2.4 Mediciones físico-químicas

### 2.2.4.1. Determinación del rendimiento

El rendimiento de polvos secos obtenidos se determinará de acuerdo a la siguiente relación:

$$y = \frac{W_{vs} - W_v}{S_T} \quad \text{Ecuación 2.1}$$

Donde:

$W_{vs}$  es el peso del vaso + el peso de los polvos, (g)

$W_v$  es el peso del vaso, (g)

$S_T$  son los sólidos totales, (g)

y es el rendimiento adimensional.

Para determinar el peso del vaso con la muestra se usará una balanza digital (OHAUS, modelo NIH110), y se tomará inmediatamente después de cada corrida, manteniéndolo cerrado y dejándolo enfriar en un desecador por 10 minutos.

Para determinar el peso del vaso vacío, se colocará el vaso limpio dentro de una estufa durante 30 min a 90 °C, posteriormente se sacará y se dejará enfriar dentro de un desecador, se tomará el peso y se repetirá la operación anterior hasta llegar a peso constante.

### 2.2.4.2 Medición de propiedades reológicas

Se prepararán soluciones acuosas de mucílago a diferentes concentraciones en agua destilada (p/v), por disolución de los polvos de mucílago con agitación continua. Todas las mediciones reológicas se llevaron a cabo en un reómetro de esfuerzos controlados TA G2, con una geometría de cilindros concéntricos (diámetro del cilindro externo 21.95 mm diámetro del cilindro interno 20.38mm 59.5mm de altura y 500 µm gap), a una temperatura constante de 25 °C.

El comportamiento viscoso se analizará en flujo con cizalla simple, a velocidades de corte en un rango de 1 a 300  $s^{-1}$ . Las propiedades viscoelásticas, módulo de almacenamiento  $G'$  y módulo de pérdida  $G''$  serán determinados a través de pruebas de cizalla oscilatoria de baja amplitud de deformación, con un rango de frecuencias de 1 a 300 rad/s.<sup>12</sup> Todas las mediciones serán por duplicado.

#### **2.2.4.3 Determinación de viscosidad**

Se necesitará determinar la viscosidad de nuestro mucílago a alimentar ya que se sabe que es uno de los parámetros que mayor influencia tiene en la calidad y rendimiento del producto seco. Se utilizará un viscosímetro Brookfield modelo RVT. Se tienen que seleccionar la aguja más adecuada para medir la viscosidad de nuestro mucílago, esto se hace con pruebas de las agujas a diferentes velocidades. Una vez determinada la mejor aguja se hacen corridas para nuestro mucílago con cada una de las velocidades de corte y se multiplica el valor indicado por el indicador en la escala del tablero por su factor correspondiente, la viscosidad a temperatura ambiente será el promedio de las viscosidades obtenidas.

### **2.3 Análisis Estadístico**

Se usará un ANOVA con un estadístico de prueba F, para determinar si existe diferencia significativa de las variables respuesta (humedad, rendimiento, color y propiedades reológicas) por la acción de los factores, con un nivel de significancia de 0.05. Se harán pruebas de homogeneidad de varianza, así como de residuales, para determinar la normalidad de los datos para comprobar el buen uso del ANOVA. Se pretende usar la técnica de regresiones múltiples para llegar a determinar un modelo de primer orden que permita describir el comportamiento del rendimiento con respecto a los tres factores y generar superficies de respuesta.

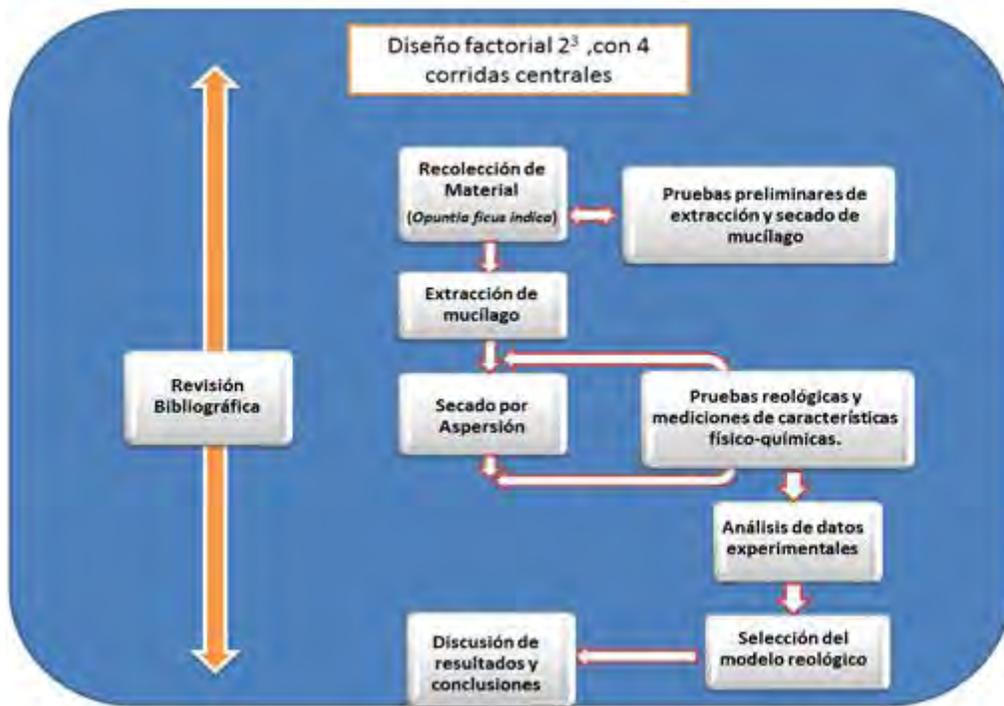


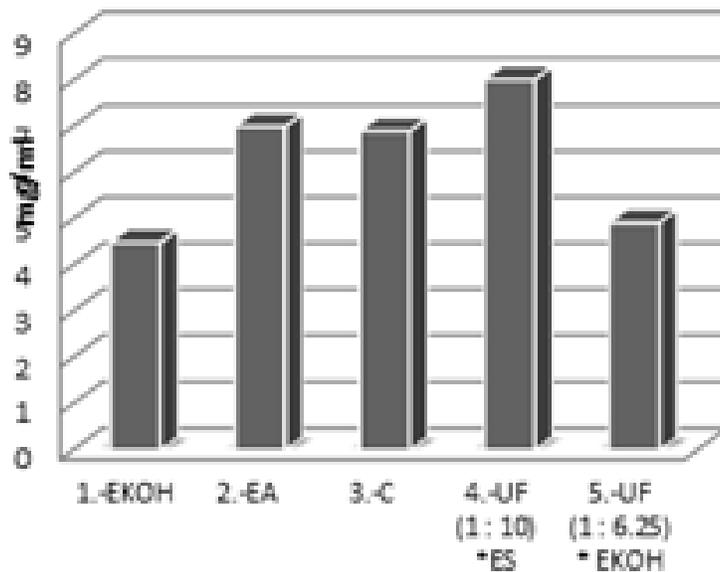
Fig.-2.4 Diagrama de flujo para la metodología experimental

# Capítulo 3

## RESULTADOS Y DISCUSION

### 3.1 ELECCIÓN DEL MÉTODO DE EXTRACCIÓN

Por medio de este estudio se evaluó el rendimiento de los polvos obtenidos por tres métodos de extracción, los cuales fueron: extracción acuosa (EA), escalde de los cladodios en una solución de KOH al 1 % y un posterior prensado (EKOH) y un prensado por compresión de los cladodios en una prensa mecánica de tornillo sinfín (C), adaptada con dos placas paralelas. También se probó el método de ultrafiltración (UF) como método de concentración de mucílago. El máximo rendimiento tanto para mucílago con y sin UF se obtuvo con el método de EA, con una media de  $7.5 \pm 0.5$  mg de polvo seco por ml de mucílago líquido alimentado, esto es 1.6 veces más rendimiento que para el mucílago tratado con KOH. El mayor rendimiento podría explicarse por el grado de viscosidad del mucílago empleado en la EKOH que fue 4.5 veces mayor a la viscosidad del mucílago extraído por EA. La alta viscosidad ocasionó problemas al momento de secado, perdiéndose parte del mucílago en las paredes de la cámara de secado al pegarse en ella (Tabla 3.1). Se esperaba que el mucílago con mayor viscosidad diera el mayor rendimiento, sin embargo las condiciones del fluido en la alimentación afectaron el proceso de secado y su rendimiento, esto concuerda con lo reportado en bibliografía, pues Perry & Green (2003) mencionan que el contenido de sólidos, viscosidad, densidad y velocidad de alimentación tienen efecto sobre el rendimiento de polvos y en la calidad de los mismos. (grafico 3.1).



Gráfica 3.1 grafico de barras para el rendimiento de polvos de mucilago obtenidos por aspersión.

**Tabla 3.1.** Rendimientos y viscosidad en la alimentación para disoluciones al 1 % (p/v) de mucílago SA a nivel laboratorio

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

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

Finalmente, los polvos obtenidos fueron resuspendidos a una concentración de 1 g/L con el propósito de determinar su comportamiento viscoso. Para esto se empleó un reómetro de esfuerzos controlados AR-G2 con una geometría de cilindros concéntricos a 25 °C, disponible en laboratorio del CIIDIR (Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional IPN) Unidad Oaxaca.

**Tabla 3.2.** Parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para mucílago SA a nivel laboratorio

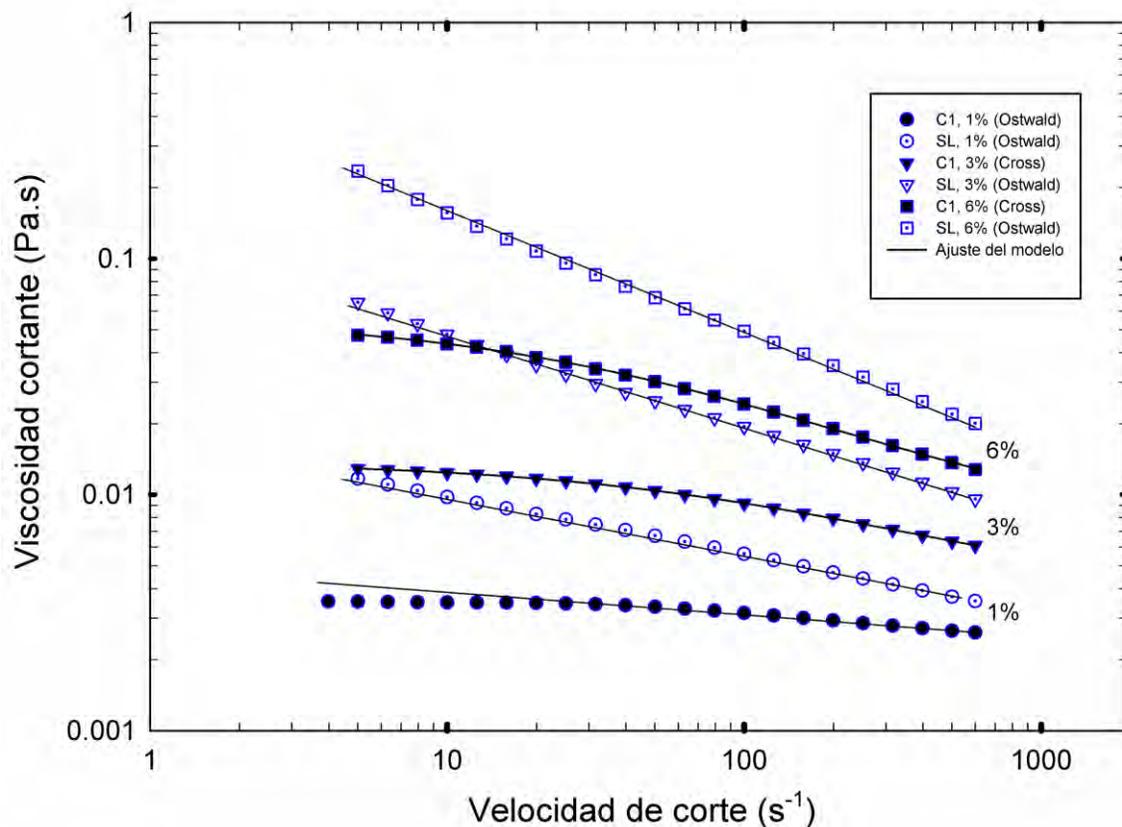
<b>Muestra</b>	<b><math>k</math> (Pa.s<sup>n</sup>)</b>	<b>n</b>	<b><math>r^2</math></b>
<i>C 1%(p/v)</i>	<i>0.0076</i>	<i>0.4718</i>	<i>0.9231</i>
<i>EA 1%(p/v)</i>	<i>0.0204</i>	<i>0.4150</i>	<i>0.8326</i>
<i>EKOH 1%(p/v)</i>	<i>0.0028</i>	<i>0.9023</i>	<i>0.3294</i>
<i>*UF-EKOH 1%(p/v)</i>	<i>0.0033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

El valor promedio de índice de comportamiento (n) fue de 0.69 y el índice de consistencia (k) tuvo un valor promedio de 10 mPa.s<sup>n</sup> (Tabla 3.3). Parámetros similares fueron encontrados por Orozco et al. (2007) con n de 0.6 y k de 25 mPa.s<sup>n</sup>, por lo tanto, el SA puede ser considerado como una buena alternativa de deshidratado de mucílago de nopal, incrementándose el rendimiento de polvos mediante una extracción acuosa.

### 3.2 Efecto de las condiciones de secado en las propiedades reológicas

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

Curvas de flujo a la cizalla simple [ $\eta$  vs  $\dot{\gamma}$ ], como función de la concentración de mucílago se muestra en Figura 3.2. El comportamiento que exhibieron todas las muestras SA, se ejemplifica en este gráfico mediante (C1) y se compara con el blanco (SL), en general el comportamiento es de un fluido no-Newtoniano del tipo de adelgazamiento a la cizalla ( $n < 1$ ), es decir, la viscosidad disminuye conforme aumenta la velocidad de corte. En estudios previos se ha encontrado que la viscosidad en cizalla simple es función de la concentración de mucílago, temperatura, pH y fuerza iónica (Sáenz & cols., 2004).



**Figura 3.2.** Efecto de la concentración (1, 3 y 6 %) de mucílago en la viscosidad a la cizalla simple a 25°C

Este comportamiento es el resultado de un efecto de orientación de las grandes cadenas poliméricas presentes en dirección resultante al flujo inducido por la velocidad de corte, mostrando una menor interacción entre las cadenas adyacentes, y en consecuencia disminuyendo su viscosidad (Koochekiet al., 2009), este comportamiento es característico para este tipo de macromoléculas, y ya ha sido reportado previamente en la literatura (Cárdenas et al., 1998; Cerezal et al., 2007; Medina-Torres et al., 2000; Morris et al., 1981; Orozco et al., 2007). Dos modelos reológicos fueron utilizados para ajustar los datos experimentales, el modelo de Cross (ecuación 6, del capítulo 2) y el modelo de Ostwald-de Waele (ecuación 7, del capítulo 2). En todas las figuras de comportamiento viscoso, los ajustes de los modelos reológicos se muestran mediante líneas continuas, los parámetros calculados de los ajustes de los modelos se presentan en la (Tabla 3.4). Todos los ajustes tuvieron  $r^2 > 0.95$ .

Para todas las concentraciones estudiadas se observó que la viscosidad de la muestra SA (C1) fue menor a la obtenida para el blanco (SL). Lo que indica una disminución importante de la viscosidad provocada principalmente por el método de secado. Los resultados indican una estructura más ordenada para las disoluciones reconstituidas de mucílago SL que tienden a comportarse como esferas no penetrables al momento de ser inducidas al flujo. La respuesta mecánica al flujo observada para mucílago SA es característica de una red de entrecruzamientos de un polímero con estructura de espiral al azar (random-coil) y ya ha sido reportado por algunos grupos de investigación tanto para mucílago como para otros polisacáridos (Morris et al., 1981; Cárdenas et al., 1997; Medina-Torres et al., 2000).

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

**Tabla 3.3.** Datos reológicos para las disoluciones de los polvos de mucílago a diferentes concentraciones

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

\*Dato no disponible

MgGarvie & Parolis (1981<sup>a,b</sup>) reportaron efectos moleculares debido a la hidrólisis parcial causada por efectos térmicos y por el pH en la molécula de mucílago de *Ofi*, generando una mayor concentración de ácido galacturónico conforme avanza el rompimiento, provocando así una reconfiguración estructural. Mientras tanto Abu-Jdayilet al. (2004) observaron un descenso en la viscosidad para tomate reconstituido SA en comparación con tomate en pasta, ellos atribuyen este descenso al efecto térmico que altera la estructura de las sustancias pectínicas principalmente por hidrólisis, estos mismo autores en su artículo mencionan que Harper & El-Sahrigi encontraron que la viscosidad aparente de los polvos reconstituidos de pasta de tomate solo mantienen una tercera parte del valor de viscosidad que originalmente tenían antes del SA (secado por aspersion). Salvador et al. (2001) reportaron un comportamiento similar de las propiedades reológicas para mezclas de goma xantana-gelatina secadas por aspersion.

En esta misma gráfica se observa que la muestra SA tiene un mejor ajuste al modelo de Ostwald-de Waele a concentraciones bajas. El modelo de Cross fue mejor para concentraciones  $> 3 \%$ , lo mismo se repitió en todos los casos SA (ver Tabla 3.3).

Los datos de viscosidad a cizalla simple de soluciones de polisacáridos en un amplio rango de velocidades de deformación, incluyendo la zona newtoniana a bajas velocidades de corte, son representados adecuadamente por el modelo de Cross. Este modelo es el que mejor describe soluciones de polisacáridos macromoleculares con configuración de espiral al azar, por ejemplo galactomanos y algunos otros polisacáridos no gelificantes como dextranos,  $\lambda$ -carrageninas, derivados de celulosa, entre otros (Morris et al., 1981). El ajuste de Cross para altas concentraciones se debe a que el modelo toma en cuenta la meseta Newtoniana. Esta aparece para las disoluciones de mucílago a concentraciones  $\geq 3 \%$ , la cual es más visible al incrementarse la concentración, indicando una probable estabilización de las cadenas del polímero a bajas velocidades de deformación, probablemente por entrecruzamientos aleatorios entre las cadenas, así como algunas interacciones no

covalentes como fuerzas magnéticas, electrostáticas, y de Van der-Waals (Barnes, 2000; Goodwin & Hudhes, 2008; Malkin, 1994; Makosko, 1994; Morris et al., 1981).

El pH de las disoluciones reconstituidas de mucílago varió de 5.4 a 4.8. Este depende de la concentración de mucílago empleado, acidificándose con forme el incremento en la concentración (Tabla 3.4). Probablemente este cambio esté relacionado con la concentración de ácido urónico en la disolución. En la Tabla 3.4 se presentan valores de los parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para diversas fuentes mucilaginosas.

**Tabla 3.4.** Parámetros del modelo de Ostwald-de Waele para mucílagos y goma

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

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

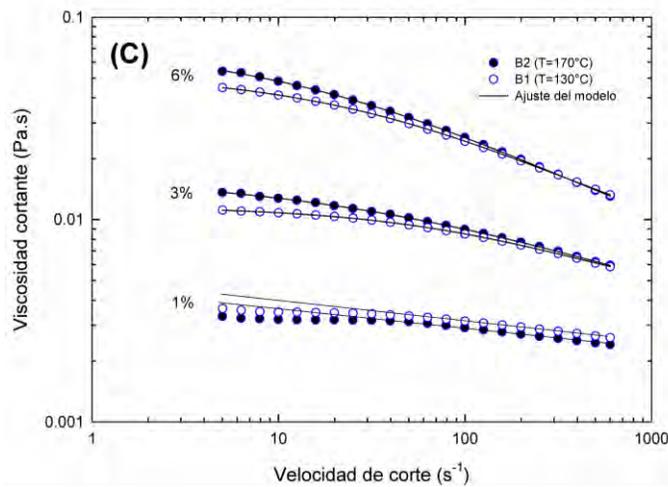
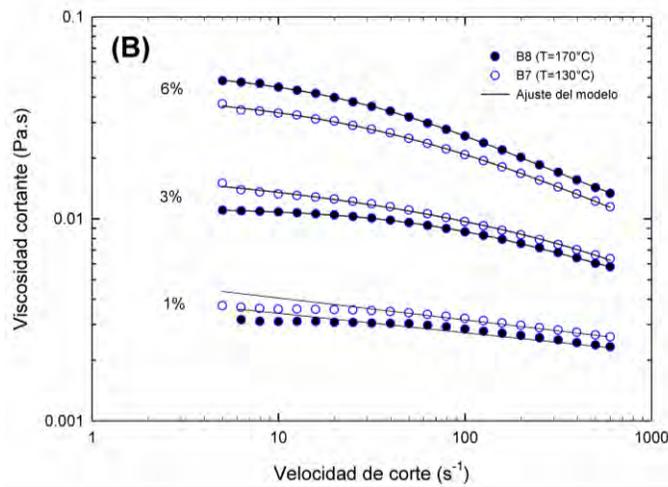
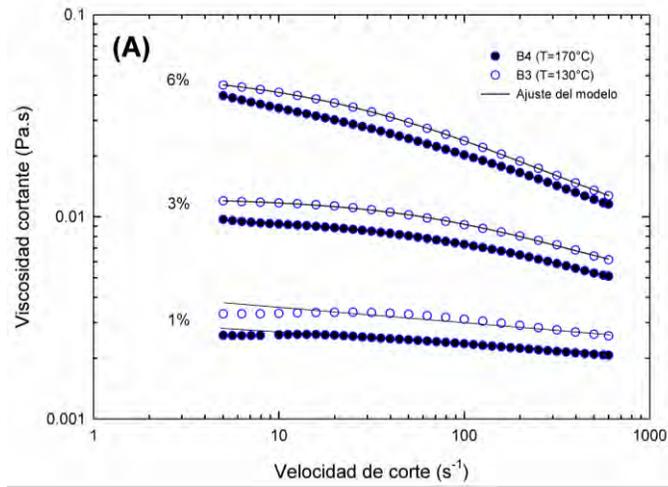
\*\* Suspensión al 1.5 % en agua desionizada

Los resultados obtenidos para mucílago deshidratado por aspersion son diferentes a los reportados en literatura (Orozco et al., 2007) debido al tipo de atomizador empleado (un atomizador de boquilla produce gotas de tamaño más homogéneos y finos), además los tiempos de residencia para un secador de laboratorio son menores a los de un secador de escala piloto (1-7 kg de agua evaporada/h). Las constantes obtenidas para mucílago por Abrajám-Villaseñor (2008), así como las obtenidas para la goma de lino, son muy parecidas a las reportadas en este trabajo. Las diferencia

entre estos resultados puede deberse al método de extracción, purificación, edad de la planta, factores ambientales de cultivo, época de la cosecha, entre los más importantes. La goma de *Alyssum homolocarpum* tiene un mayor comportamiento pseudoplástico (~30%) y una consistencia 17 veces mayor que la reportada para la goma de *Ofi*, esto probablemente se deba al contenido de ácido urónico en la matriz polimérica.

### **3.2.2 Efecto de $T_e$ , $F_a$ , y $V$ en la viscosidad cortante**

El efecto de cada uno de los factores del SA sobre el comportamiento viscoso, se estudió gráficamente, comparando las muestras con un grado de libertad ( $L=1$ ); temperatura de aire a la entrada ( $T_e$ ), flujo de alimentación de mucílago ( $F_a$ ) y velocidad del atomizador ( $V$ ). Efecto de la temperatura de secado. Un incremento en la  $T_e$  produce un decremento en la viscosidad cortante, este comportamiento se puede observar en la Figura 3.3. La muestra secada a 170 °C (B4) registro una menor viscosidad para todas las concentraciones en comparación a su semejante secada a 130 °C (B3), esta tendencia solo se observa para las muestras B7 y B8 a concentraciones del 1 y 3 %, sin embargo a una concentración del 6 % la tendencia se invierte (Figura 3.3-B), finalmente para B1 y B2 (Figura 3.3-C) el comportamiento solo se observa al 1%, lo cual posiblemente se deba al grado de empaquetamiento de la goma a esa fracción volumétrica. Este descenso de viscosidad se puede deber a que a temperaturas altas el gradiente de temperatura se intensifica provocando una rápida evaporación del agua y permitiendo la interacción entre el sólido seco y el calor, provocando así una degradación de la estructura molecular.

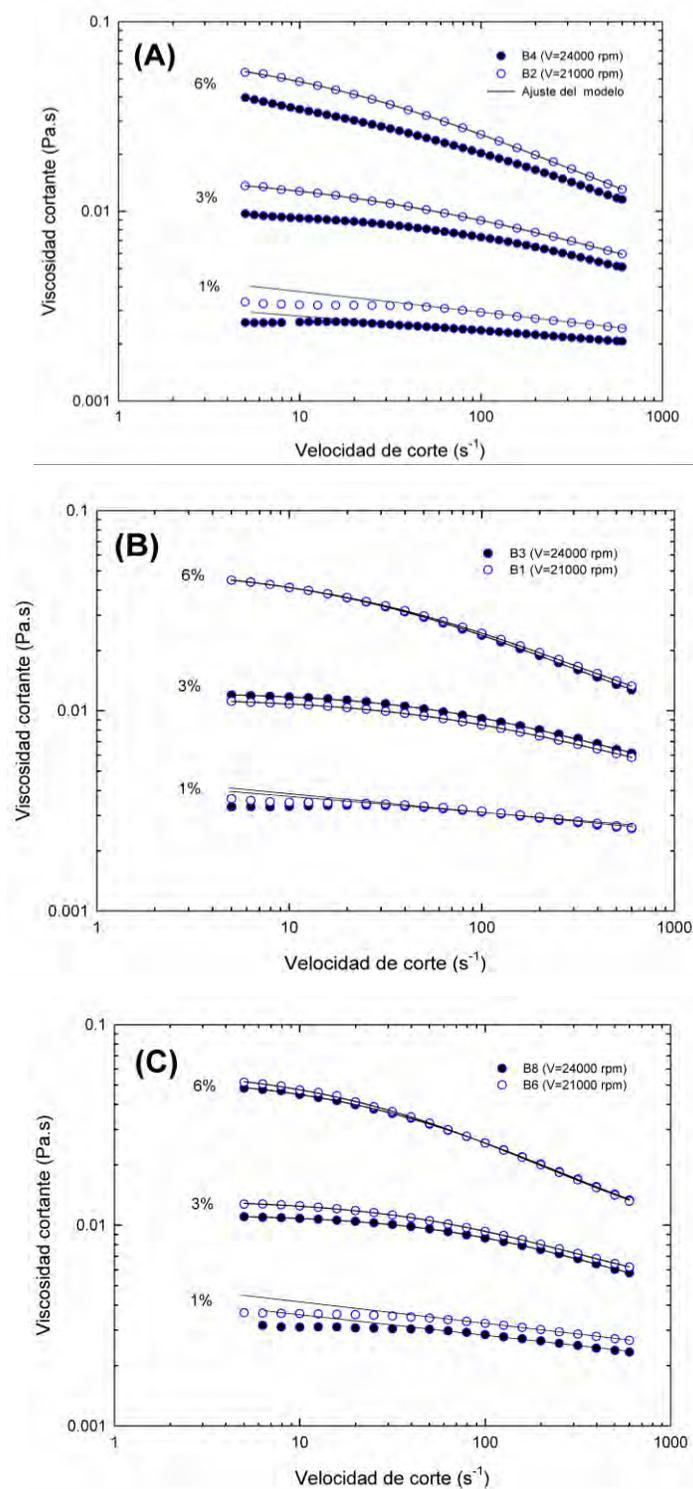


**Figura 3.3** Efecto de la temperatura de secado para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B4 y B3 (A), Muestras B8 y B7 (B), Muestras B2 y B1 (C).

### **3.2.3 Efecto de la velocidad del atomizador.**

Las disoluciones de mucílago presentaron un descenso en la viscosidad cortante al incrementarse  $V$ .

En la Figura 3.4-A (B2 y B4) se observa que a menor velocidad del atomizador la muestra presenta una mayor viscosidad, esta tendencia se repite para las muestras B6 y B8 (Figura 3.4-C), para las muestras B1 y B3 el cambio no es muy visible probablemente porque estas se trataron a temperaturas de 130 °C (Figura 3.6-B). Los desplazamientos de las curvas de flujo son más pronunciados a bajas velocidades de deformación, mientras que para altas velocidades de deformación los desplazamientos son menores, lo que indica que la conformación estructural de las cadenas de polisacáridos en suspensión sea de manera aleatoria, formándose en algunos casos mayor estabilidad que en otros. Probablemente el tamaño de partícula a altas velocidades esté generando este comportamiento. La presión de aire es proporcional al giro del rotor, a mayor giro menor es el tamaño de la gota. Porque se esperaba un tamaño de partícula de menor diámetro, por lo tanto, mientras mayor sea el tamaño de la gota, más grande es la capa de agua que la cubre y más lenta será la transferencia de calor siendo éste el parámetro que realmente está afectando la estructura del polímero. Se podrían considerar, además los esfuerzos que sufre el polímero al momento de la atomización, que provocarían un efecto inverso en  $\eta$  al aumentar la velocidad del atomizador (Hill & Carrington, 2006; Walton & Mumford, 1999). Generalmente los procesos de atomización provocan velocidades de corte  $>10^5 \text{ s}^{-1}$  (Hill & Carrington, 2006).

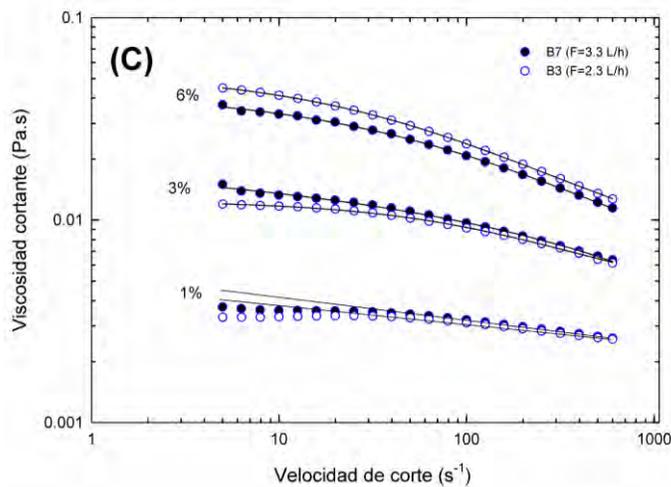
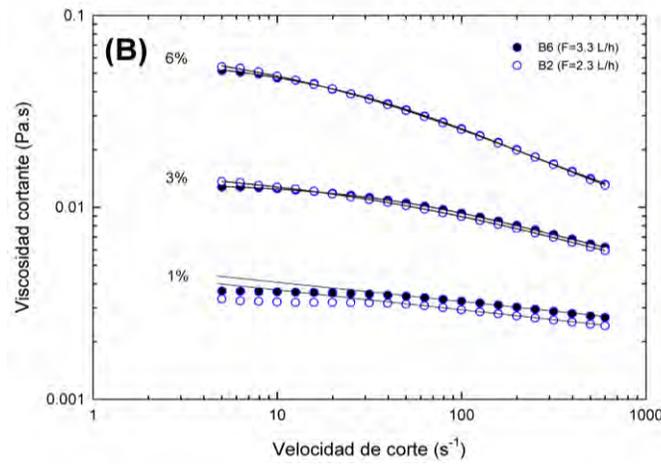
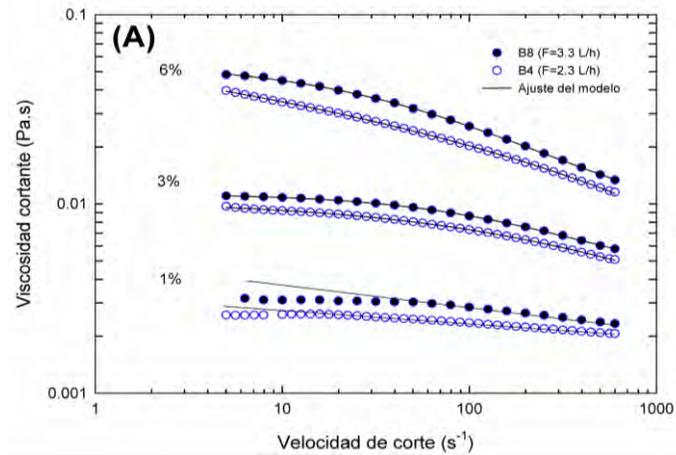


**Figura 3.4** Efecto de la presión para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B4 y B2 (A), Muestras B3 y B1 (B), Muestras B8 y B6

### **3.2.4 Efecto del flujo de alimentación.**

La viscosidad de disoluciones de mucílago deshidratados por aspersion mostro una disminucion conforme se disminuye el  $F_a$  (Figura 3.7).

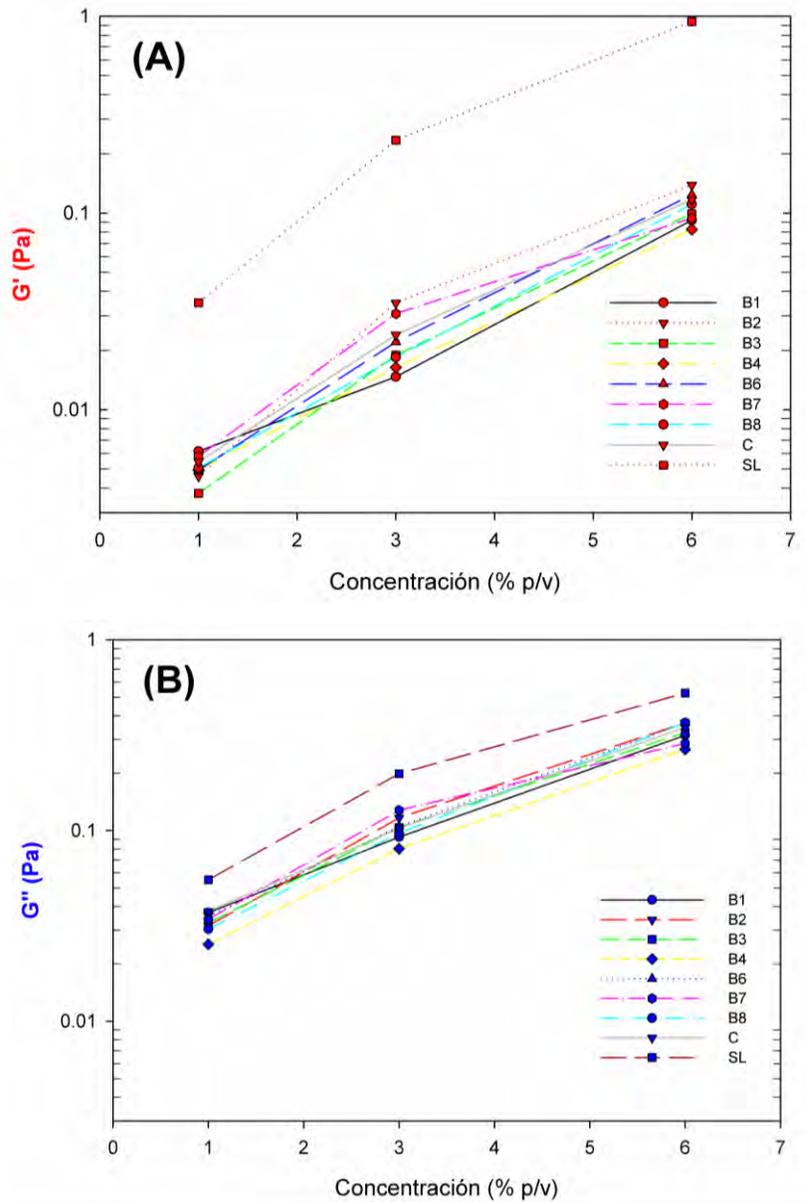
Al igual que con la velocidad de atomización este cambio se debe principalmente al tamaño de gota generado en la atomización y al tiempo de residencia de mucílago. Esto es, a mayor flujo de alimentación, mayor es el tamaño de la gota y viceversa, por lo cual la transferencia de masa y calor se altera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



**Figura 3.5** Efecto del flujo de alimentación para suspensiones de mucílago SA a diferentes concentraciones Muestras B8 y B4 (A), muestras B6 y B2 (B), Muestras B7 y B3 (C)

### 3.2.5 Efecto del secado por aspersión en la viscoelasticidad

Efecto de la concentración en los módulos  $G'$  y  $G''$ . La Figura 3.6 muestra la variación en el módulo de almacenamiento ( $G'$ ), y el módulo de pérdida ( $G''$ ) con la concentración de las disoluciones de mucílago para una frecuencia angular ( $\omega$ ) de 10 rad/s.

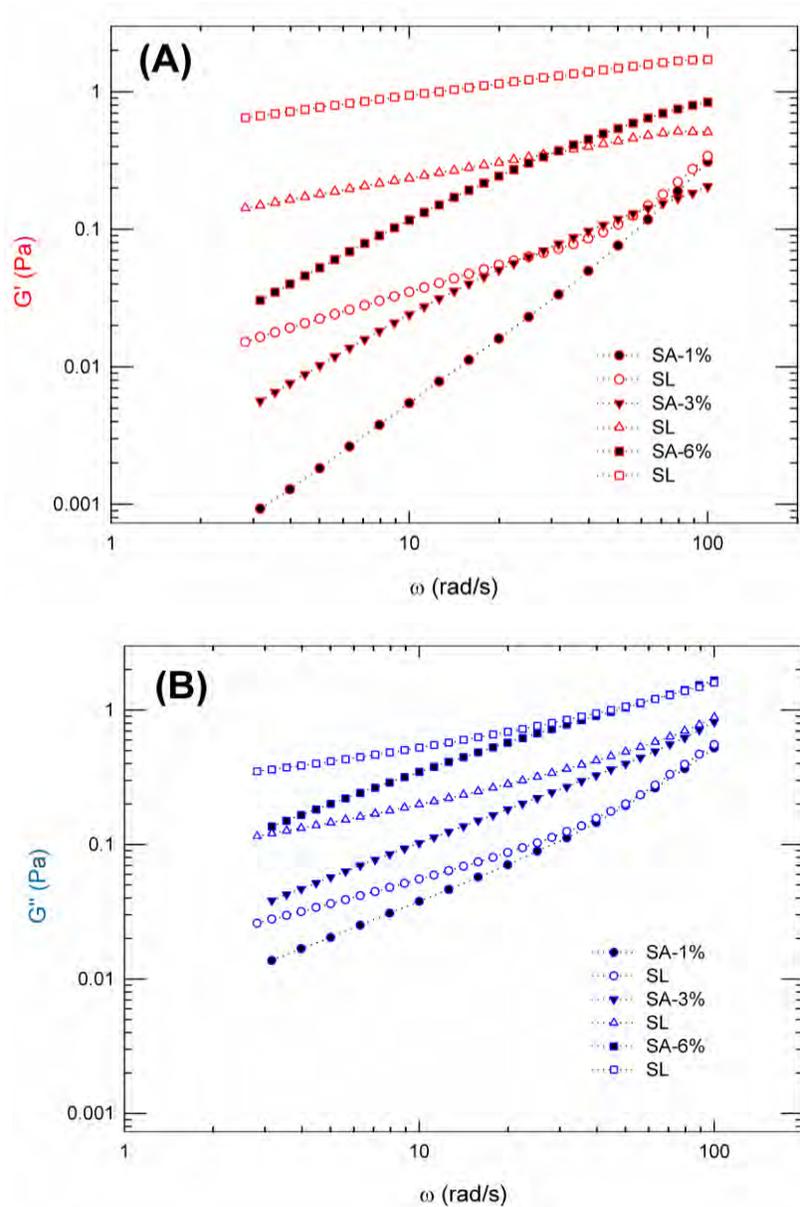


**Figura 3.6** Efecto de concentración en las componentes viscoelásticas ( $G'$  y  $G''$ ) para un ángulo de frecuencia fijo de 10 rad/s,  $G'$  versus concentración(A),  $G''$  versus concentración (B)

Se observó una clara dependencia de ambos módulos viscoelásticos con respecto a la concentración de mucílago en disolución. El incremento en la concentración fue proporcional al aumento en la magnitud de ambos módulos. Los cuales variaron de 0.004 a 0.1 Pa para  $G'$  y de 0.025 a 0.38 Pa para  $G''$ . El incremento fue más pronunciado para  $G'$ , lo que representa una probable estabilización molecular para altas concentraciones (>3%). Para todas las muestras SA el orden de magnitud de sus componentes estuvo muy cercano entre de ellas, siendo B1 ( $T_e = 130^\circ\text{C}$ ) la muestra que mejor respuesta viscoelástica mantuvo para las tres concentraciones.

El módulo elástico ( $G'$ ) del mucílago deshidratado por aspersion se reduce en promedio un 87%, mientras que el módulo viscoso ( $G''$ ) lo hace en un 40 % con respecto a la muestra liofilizada, esto tomando los valores a una frecuencia angular de 10 rad/s. Para comparar la evolución de los módulos con respecto a la frecuencia angular, en la Figura 3.7 se presenta el espectro mecánico de una muestra SA a las condiciones del punto central (C) y para la disolución de la muestra testigo (SL). Se observa una clara dependencia de los módulos con respecto a la frecuencia, en donde los desplazamientos entre las componentes de ambos métodos de secado son más grandes a tiempos largos (bajas frecuencias) que a tiempos cortos. Para ambos métodos se observa la región viscosa/terminal a concentraciones del 1 %. En la zona de transición las propiedades viscoelásticas están dominadas por re-arreglos de segmentos moleculares, los cuales son lo suficientemente cortos para no depender tanto de entrecruzamientos con otras cadenas, como del peso molecular de dichas cadenas, sin embargo, para el SL se observa que a concentraciones superiores al 3% se produce un cruce en el cual  $G' > G''$ , conociéndose esta zona como la zona de transición, esto es un comportamiento claramente elástico, tal como lo reportado para la goma de mucílago de *Offi* (Medina-Torres et al., 2000).

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



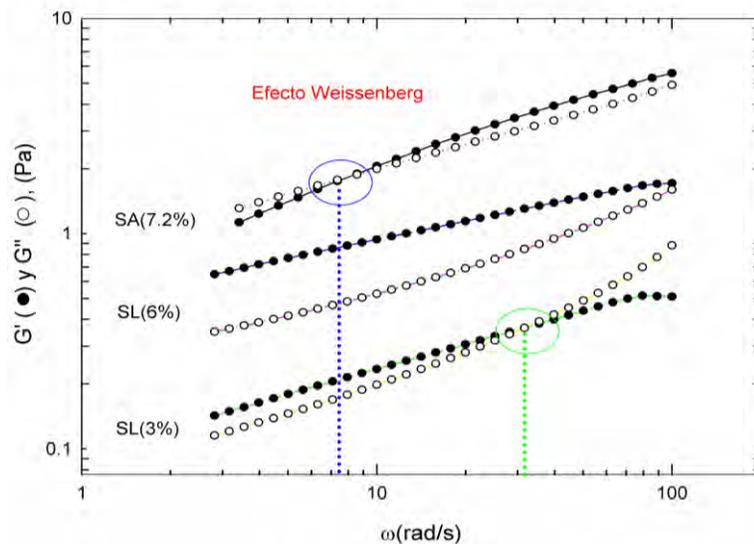
**Figura 3.7.** Espectro mecánico para C1 y SL a diferentes concentraciones % (p/v),  $G'$  versus concentración (A),  $G''$  versus concentración (B)

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

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

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

La Figura 3.8 muestra como a partir de una cierta concentración el comportamiento elástico es mayor al viscoso ( $G' > G''$ ), lo que implica una clara tendencia a formar redes macromoleculares con importantes propiedades elásticas tales como algunos materiales gelificantes (pectinas, gomas y carrageninas). Esto es un comportamiento parecido al sólido (pseudo-solid like) a altas concentraciones de mucílago en disolución, es decir, sin dejar de ser viscoso hay una independencia con respecto a la frecuencia (deformación), por la formación de una estructura más estable, este es un comportamiento parecido al presentado en geles. En esta misma Figura se pueden observar los puntos de cruce en los cuales  $G' = G''$ , los cuales corresponden a cierta frecuencia angular de cruce (tiempo dominante). Esta frecuencia muchas veces es utilizada como un criterio para la evaluación de un producto (ejemplo; pasta de dientes), en este punto se presentan cambios conformacionales.



**Figura 3.8** Espectro mecánico para la muestra SA a 150°C que presentó el efecto Weissenberg a una concentración del 7.8 % (p/v) y para la muestra SL

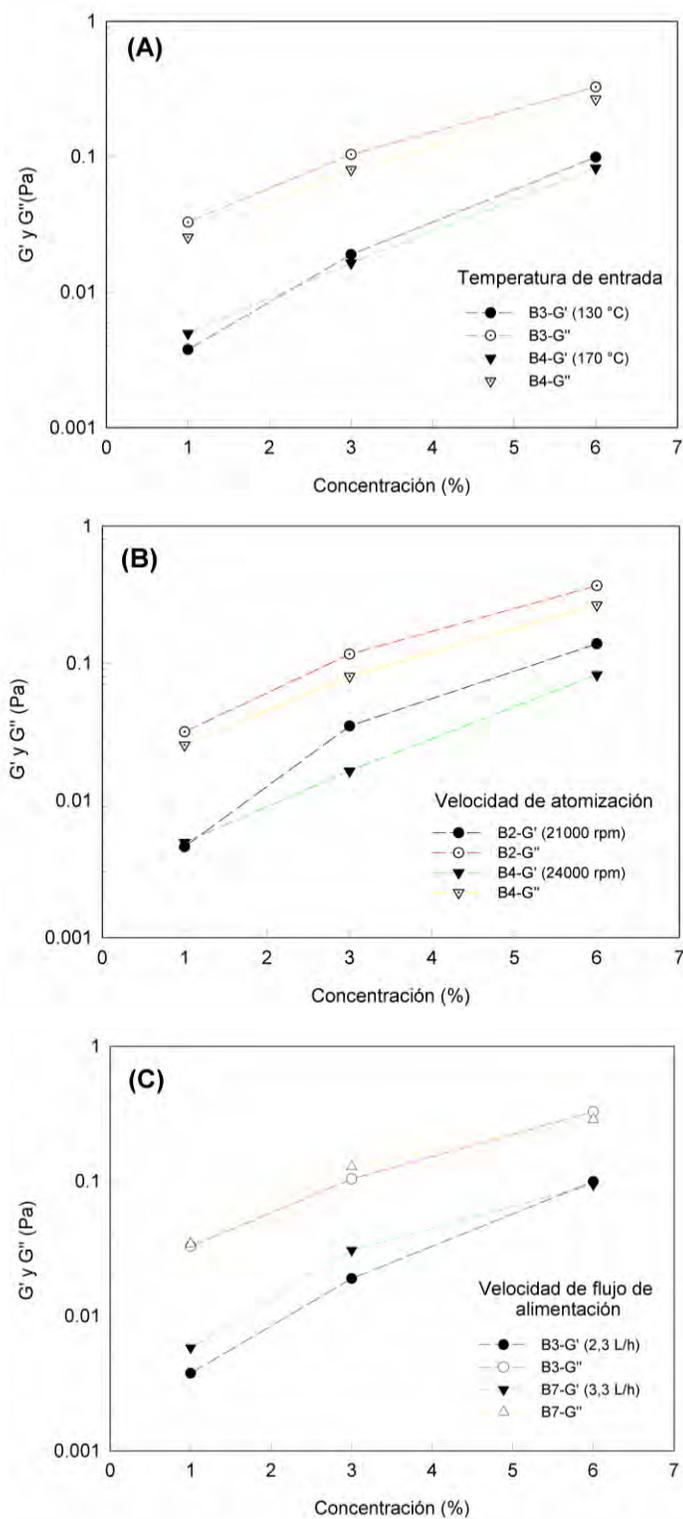
Para el mucílago SA el tiempo dominante es aproximadamente de 0.125 s a una concentración del 7.2% (p/v). Para mucílago liofilizado al 3% se encuentra a 0.05 s y en lambda carragenina al 5 % es de 0.25 s (Steffe, 1996). Por lo tanto, a pesar de que las propiedades viscoelásticas del mucílago deshidratado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

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

### **3.2.6 Efecto de $T_e$ , $V$ , y $F_a$ en los módulos $G'$ y $G''$ .**

Los efectos de cada factor se estudiaron gráficamente y se muestran en la Figura 3.9. La componente elástica ( $G'$ ) fue la más afectada durante el proceso de secado. Las tendencias observadas son parecidas a las encontradas en el comportamiento viscoso. La temperatura de secado influye reduciendo a  $G'$  y  $G''$  conforme se incrementa (Figura 3.9-A). Una tendencia parecida se observó para la presión, la disminución de  $G'$  y  $G''$  se da a presiones altas (Figura 3.9-B). El efecto del flujo de alimentación fue más intenso sobre la componente elástica ( $G'$ ) que en la componente viscosa ( $G''$ ), a menor velocidad de flujo menor fue la magnitud de  $G'$  (Figura 3.9-C).

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



**Figura 3.9.** Efecto de los factores de secado en las componentes viscoelásticas para una frecuencia angular de 10 rad/s, efecto de  $T_e$  en  $G'$  y  $G''$  (A), efecto de  $V$  en  $G'$  y  $G''$  (B), efecto de  $F_a$  en  $G'$  y  $G''$  (C).

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

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

#### 3.3.1 Efecto en el rendimiento

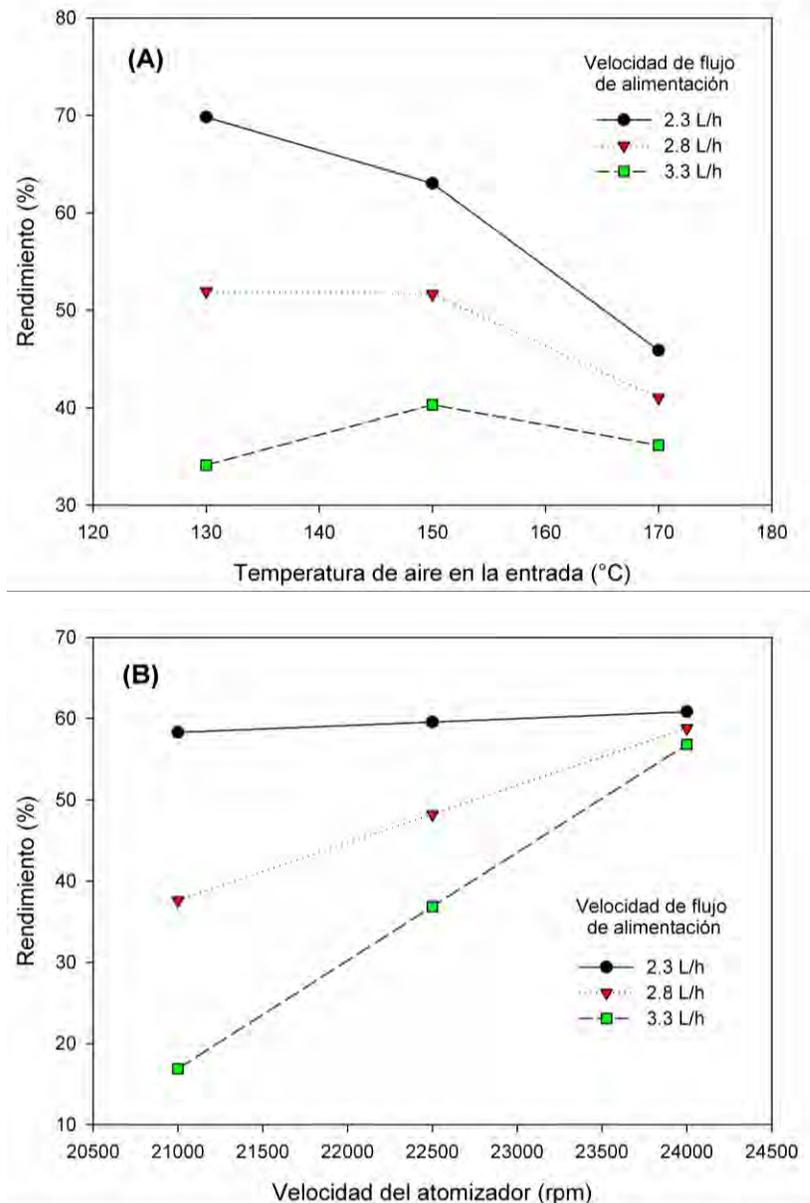
Las medias con su respectiva desviación estándar de los valores de rendimiento, contenido de humedad, densidad aparente y temperatura del aire a la salida se presentan en la Tabla 3.5

**Tabla3.5** Rendimiento, contenido de humedad, densidad aparente y temperatura de aire a la salida del secador

Tratamiento	y (%)		Contenido de humedad (%bs)		Densidad aparente (g/mL)		T <sub>s</sub> (°C)	
	Media	Desv. Est.	Media	Desv. Est.	Media	Desv. Est.	Media	Desv. Est.
B1	70.	± 1.	9.3	± 1.	0.7	± 0.0	74.	± 2.
B2	42.	± 4.	4.4	± 0.	0.6	± 0.0	92.	± 0.
B3	68.	± 1.	8.4	± 0.	0.6	± 0.0	70.	± 1.
B4	49.	± 6.	4.5	± 0.	0.7	± 0.0	91.	± 1.
B5	0.7	± 0.	24.	± 1.	*N/D		53.	± 1.
B6	29.	± 5.	8.0	± 0.	0.6	± 0.0	74.	± 1.
B7	67.	± 2.	10.	± 0.	0.6	± 0.0	63.	± 0.
B8	42.	± 1.	8.7	± 0.	0.5	± 0.0	67.	± 0.
C1	54.	± 3.	8.6	± 0.	0.5	± 0.0	72.	± 1.
C2	51.	± 6.	9.2	± 0.	0.6	± 0.0	72.	± 0.
C3	49.	± 1.	8.0	± 0.	0.6	± 0.0	71.	± 0.

\*Dato no disponible

En la Figura 3.10 se muestra el efecto que tuvieron la  $T_e$ ,  $V$ , y  $F_a$  sobre el rendimiento de polvos, los valores graficados son las medias. El incremento de  $T_e$  y/o  $F_a$  reducen el rendimiento.



**Figura 3.10.** Efecto de los factores de secado en el rendimiento de polvos (%), efecto de  $T_e$  y  $F_a$  (A), Efecto de  $V$  y  $F_a$  (B)

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

El efecto inverso de la temperatura de secado sobre el rendimiento puede ser explicado de debido a que frecuentemente, el incremento de  $T_e$  causa la fusión de los polvos y la cohesión de los mismos en pared de la cámara de secado, así pues la cantidad de polvos y el rendimientos son reducidos. Adicionalmente, las altas temperaturas de secado pueden estar afectando el estado del polímero de mucílago (vítreo o gomoso), lo cual produce problemas de pegajosidad. Por otro lado, el efecto negativo de  $F_a$  sobre el rendimiento puede atribuirse a que para altas velocidades de flujo de alimentación existe una menor transferencia de calor y masa (Tononet al., 2008). Factores no controlados durante la experimentación pueden estar causando los valores de desviación estándar observados en el rendimiento (Tabla 3.5), algunos de estos son; la humedad relativa del aire en la entrada, la temperatura del aire en la atomización, las fluctuaciones en la presión del aire comprimido y velocidad de flujo de gas de secado, parámetros en la alimentación (temperatura y el grado de aeración).

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

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

de secado, lo que genero adherencia y escurrimiento del mucílago sobre la pared de la cámara de secado (Figura 3.11).



**Figura 3.11.** Problemas de escurrimiento de mucílago sobre la pared de la cámara de secado

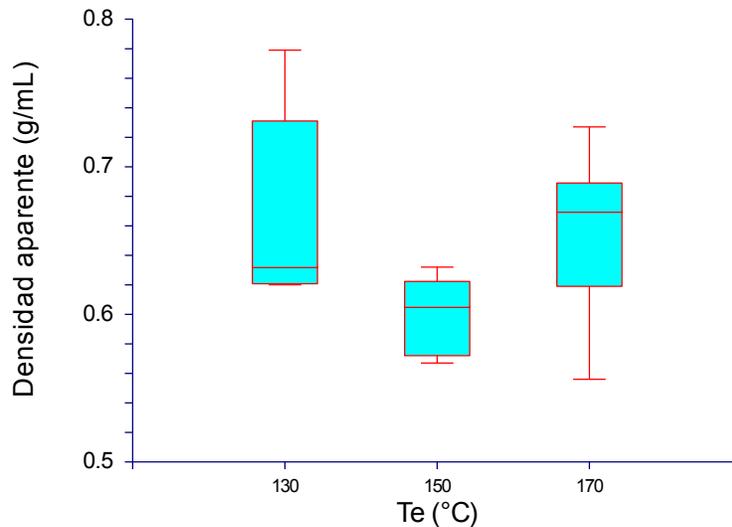
### **3.3.2 Efecto en la temperatura del aire a la salida del secador**

Generalmente, en sistemas de secado por aspersion, la temperatura de aire a la salida de la cámara de secado controla el contenido de humedad residual de los polvos, este comportamiento puede ser analizado en la Tabla 3.5 El rango  $T_s$  que se registró en este trabajo fue de 53 a 92 °C. Ambos, altas temperaturas de secado y/o bajas velocidades del flujo de alimentación provocan altas temperaturas del aire en la salida (Figura 3.1-B).

### **3.3.3 Efecto en la densidad aparente**

El comportamiento de la densidad aparente con respecto a los factores de secado fue estudiado mediante el análisis de los datos presentados en la Tabla 3.1, así como el estudio de las medias y su distribución mediante gráficas de cajas, esto debido a que

el ANOVA no pudo ser realizado por la falta del dato de densidad para B5. La Figura 3.12 muestra la distribución de los datos de densidad aparente contra la temperatura de secado ( $T_e$ ), en donde la densidad aparente vario de 0.570 a 0.769 g /mL. La alta distribución de los datos en la temperatura máxima y mínima se debe a que no se aislaron los efectos de las otras variables en la densidad aparente.



**Figura 3.12.** Gráfico de cajas para la densidad aparente en función de la  $T_e$

Se observa que las muestras secadas a altas temperaturas tienden a tener menor densidad aparente, que las muestras secadas a bajas temperaturas. Este comportamiento concuerda con resultados reportados por Cai & Corke (2000) en polvos de pigmentos de betacianinas, Chegini & Ghobadian (2007) y Souza et al. (2009) ambos en polvos de tomate. Este comportamiento es debido a que altas temperaturas de secado provocan la generación de partículas porosas o huecas (infladas), estas se forman por las altas velocidades de secado que provocan la formación de burbujas de vapor de agua dentro de la superficie del sólido que lo expanden dejando espacios ocupados por aire (Walton & Mumford, 1999). El efecto de la densidad también se relaciona con el contenido de humedad de los polvos, ya que a altas velocidades de flujo de alimentación y bajas temperaturas se propicia el tener mayor peso por la presencia de agua, con lo cual las partículas son más densas

a estas condiciones (Chegini & Ghobadian, 2007). Un efecto negativo se observó para  $V$  sobre la densidad aparente, esta decrece con el incremento de la velocidad de atomización, esto se debe al tamaño de partículas generadas y el contenido de humedad de las muestras (Walton & Mumford, 1999). Generalmente los atomizadores rotatorios producen partículas de mayor tamaño comparados con atomizadores de boquilla neumática, o atomizadores de doble fluido.

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

### **3.3.4 Caracterización de los polvos**

#### **3.3.4.1 Distribución de tamaño de partícula de los polvos de mucílago**

La mayoría de las muestras reconstituidas mostraron una distribución multimodal, con alta polidispersidad, con un rango de tamaño de partícula que va desde 1-1000  $\mu\text{m}$  (Figura 3.13) con tendencia a sedimentación de las partículas de gran tamaño, probablemente debido a materiales celulósicos derivados del método de extracción ó por el comienzo del proceso de aglomeración, donde la formación de puentes de enlaces irreversibles conlleva a la producción de partículas de gran tamaño (Hill & Carrington, 2006).

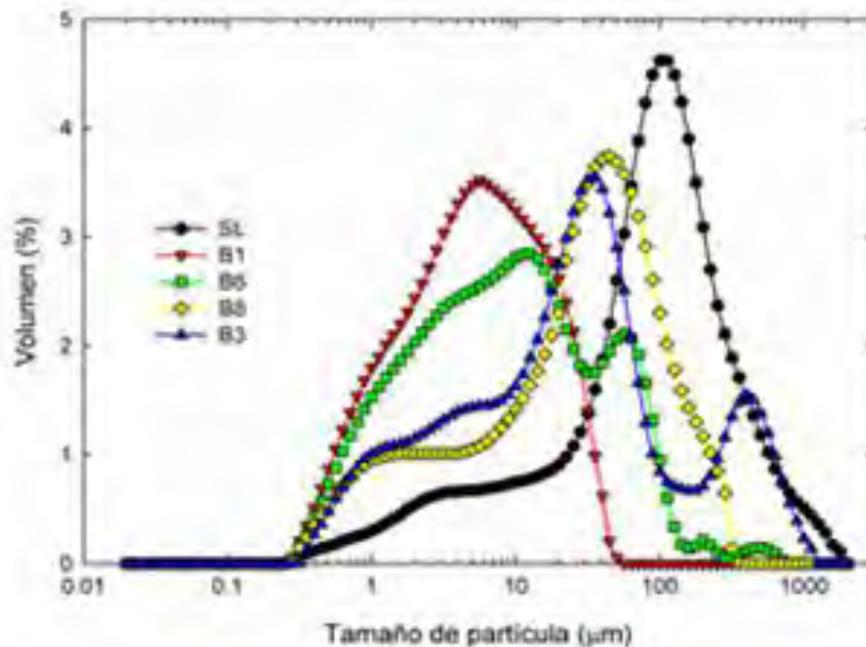


Fig. 3.13 Distribución de tamaño de partícula de los polvos producidos por SA Y de los polvos SL todos a una concentración de 6% (p/v).

En general, los polvos de mucílago reconstituido mantuvieron un diámetro medio ( $D_{[0.5]}$ ) inferior a 100  $\mu\text{m}$ , y las muestras con menor tamaño de partícula tuvieron altas áreas de superficie específica (Tabla 3.7). Esto concuerda con lo reportado para atomizadores rotatorios, con un  $D_{[0.5]}$  con un rango de 1 a 150  $\mu\text{m}$  (Masters, 1991). Los resultados indican que las muestras con menor área de superficie específica (ASE) tenían una menor viscosidad aparente que sus contrapartes con mayor ASE, tal como se observó en las curvas de cizalla simple. Recientemente, la manipulación de la distribución de tamaño de partícula (PSD por sus siglas en inglés) se ha utilizado para optimizar las propiedades reológicas de lechadas de hulla, concreto, pinturas, y polímeros de relleno y cerámicos (Servais et al., 2002). También el tamaño de partícula de los polvos reconstituidos SA tienen partículas más pequeñas (<100  $\mu\text{m}$ , con excepción de B4 y B7) en comparación con la muestra SL, una tendencia similar fue encontrada por Resch & cols. (2004), para muestras de agentes espesantes de proteína de suero.

La alta polidispersidad presentada por el análisis de DTP indica una clara tendencia de formación de aglomerados durante el SA. La polidispersidad presente en las muestras SA provoca inestabilidad en las disoluciones reconstituidas, generando menores viscosidades de las disoluciones de mucílago. Se conoce que este tipo de sistemas tienden a presentar efectos de pseudo-lubricación, donde las partículas de menor tamaño actúan como el lubricante entre las partículas muy grandes (Walton & Mumford, 1999). Se observa que la mejor DTP la tuvo la muestra SA a las condiciones de B1, un comportamiento totalmente modal, lo que influye positivamente en su respuesta reológica.

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

El diámetro medio del volumen equivalente  $D_{[4,3]}$  o también denominado media de “De Broucker”. Esto es lo mismo que la medida del peso equivalente si la densidad es constante. Se mantuvo por debajo de 200  $\mu\text{m}$  para las muestras SA, sin embargo para B2 y B4 este diámetro fue mayor, lo que probablemente se deba al efecto de la temperatura de secado, ambas a 170°C. Tonon & cols. (2008) encontraron una

tendencia similar para polvos de açai (*Euterpe oleraceae Mart.*). Como se observó en el caso de la densidad aparente el incremento de la  $T_e$  resulta en más altas velocidades de secado, lo cual genera partículas infladas por el efecto del vapor de agua dentro del sólido, estas partículas son más grandes que las generadas a bajas temperaturas, por lo tanto sus aglomerados serán de mayor tamaño, reflejándose la DTP

**Tabla 3.6.** Parámetros de distribución de tamaño de partícula para disoluciones de mucílago al 6 % (p/v)

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

\*Dato no disponible

# CONCLUSIONES.

Con base en los resultados obtenidos se puede concluir que el secado por aspersión es una buena alternativa de deshidratación de mucilago de nopal debido a que:

- Se obtiene mayor rendimiento en los polvos, en comparación con la liofilización
- Temperaturas altas de aire de secado resultan en un rápido secado, causando alta productividad de polvos.
- La recuperación de las propiedades elásticas ocurrió a una concentración de 7.2%, presentándose el efecto Weissenberg.
- Para secado por aspersión, el modelo que se ajusta mejor a bajas concentraciones es el modelo de Otswald de Waele.
- A concentraciones altas el modelo que mejor ajusta es el modelo de Cross.
- El secado por aspersión es el método que más afecta el comportamiento viscoso a corte simple.
- Presenta una reducción de las propiedades viscoelásticas del mucilago.
- Sin embargo,

Las condiciones a las cuales trabajamos en este trabajo y que reportaron resultados aceptables fueron  $T_e = 130-170^\circ\text{C}$ ,  $V = 21000-24000$  rpm,  $F_a = 2.3-3.3$  L/h.

Por lo anterior, se puede obtener mucílago de nopal secado por aspersión para facilitar su almacenamiento, transportación y producción a nivel industrial.

# REFERENCIAS

---

1. Trachtenberg, S., & Mayer, A. M. (1981). Composition and Properties of *Opuntia ficus indica* mucilage. *Phytochemistry*, 20(12), 2665–2668.
2. Matsuhira, B.; Lillo, E.; Sáenz, C.; Urzúa, C. & Zárate, O. (2005). Chemical characterization of the mucilage from fruits of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Polymers*. 63; 263-267.
3. Madjdoub, H.; Roudesli, S.; Picton, L.; Le Cerf, D.; Muller, G. & Grisel, M. (2001). Prickly pear nopals pectin from *Opuntia ficus indica*. Physicochemical study in dilute and semidilute solutions. *Carbohydrate Polymers*, 46, 69–79.
4. Sáenz, C.; Sepúlveda E. & Matsuhira B., (2003). *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspective. *Journal Arid Environments*, 57; 275-290.
5. McGarvie, D., & Parolis, H. (1979). The Mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 69, 171–179.
6. McGarvie, D., & Parolis, H. (1981a). Methylation analysis of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 88, 305–314.
7. McGarvie, D., & Parolis, H. (1981b). The acid-labile peripheral chains of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 94, 57-65.
8. Schirra, M. (1998). Storage trials of cactus pear (*Opuntia ficus indica* Miller L.) fruit with non-conventional methods. *International Symposium Proceedings: Cactus pear and nopalitos processing and uses*. Office of Arid Lands Studies, Chile.
9. Del-Valle, V.; Hernández-Muñoz, G. & A., Galotto, M.J. (2004). Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life, *Food Chemistry*, 751-756.
10. Cárdenas, A.; Arguelles, W. M. & Goycoolea, F. M. (1998). On the Possible Role of *Opuntia ficus indica* Mucilage in Lime Mortar Performance in the Protection of Historical Buildings, 1-8.

11. Miller, S. M.; Fugate, E.J.; Craver, V.O.; Smith, J.A. & Zimmerman, J.B. (2008), Toward Understanding the Efficacy and Mechanism of *Opuntia spp.* As a Natural Coagulant for Potential Application in Water Treatment. *Environmental Science Technology*, 1-6.
12. Medina-Torres, L.; Brito-De La Fuente E.; Torrestiana-Sánchez, B. & Katthain, R. (2000). Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). *Food Hydrocolloids*, 14:417-424.
13. Masters, K. (1991). Applications in the food industry. In *Spray Drying Handbook*, 5th Ed.; Longman Scientific & Technical: New York, 587–638.
14. Shiga, H.; Yoshii, H.; Nishiyama, T.; Furuta, T.; Forssele, P.; Poutanen, K. & Linko, P., (2001). Flavor encapsulation and release characteristics of spray-dried powders by the blended encapsulant of cyclodextrin and gum arabic. *Drying Technology*, 19 (7), 1385–1395.
15. Perry, R. & Green D. (2003). *Manual del Ingeniero Químico*, Ed. McGraw Hill, Vol.III, 7 editions, 12-110: 12-115.
16. Jaya, S. & Das, H. (2005). Accelerated storage, shelf life and color of mango powders, *Food Engineering*, 1-18.
17. Rodríguez-Hernández, G.R.; González-García, R.; Grajales-Lagunés, A. & Ruiz-cabrera, M.A., (2005). Spray-Drying of Cactus Pear Juice (*Opuntia streptacantha*): Effect on the Physicochemical Properties of Powder and Reconstituted Product. *Drying Technology*, 23: 955–973.
18. Torres-Acosta, A. A. (2007). *Opuntia ficus indica* (Nopal) mucilage as a steel corrosion inhibitor in alkaline media. *J App. Electrochemical* 37:835–841.
19. El-Etre, A.Y., (2003). Inhibition of aluminum corrosion using *Opuntia* extract, *corrosion science*. 45, 2485-2496.
20. Salem, R.M; Ismail, A.A & El Husai, A.A., (1983). Corrosion inhibition by naturally occurring substance-IX. The effect of the aqueous extracts of some seeds, leaves, fruits and fruit-peels on the corrosion of Al in NaOH. *Corrosion Science*, Vol.23, No.11, 1239-1241.

22. Chandra, S.; Eklund, L. & Villareal, R.R., (1998). Use of cactus in mortars and concrete. *Cement and concrete research*, Vol.28, No.1, 41-51.
23. Cano, B.J. & Torres, A.A., (2007). Las bondades del nopal. *Revista de Construcción y Tecnología*.44-50.
24. Grabowski, J.A.; Truong, V.D. & Daubert, C.R., (2007). Nutritional and rheological characterization of spray dried sweetpotato powder. *Journal of Food Science LWT* (41), 206–216.
25. Flores-Valdez, E.A.; Luna, E. J.& Ramírez, M. P. (1995). Mercado mundial del nopalito, Universidad Autónoma de Chapingo (UACh), 1-176.
26. Mindt, L.; Saag, K.; Sanderson, G. R.; Moyna, P.& Ramos, G. (1975). Cactaceae mucilage composition. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 26, 993–1001.
27. Trachtenberg, S. & Mayer, A. M. (1982). Biophysical properties of *Opuntia ficus indica* mucilage. *Phytochemistry*, 21(12), 2835–2843.
28. Cárdenas, A.; Higuera-Ciapara, I. & Goycoolea F.M. (1997). Rheology and Aggregation of Cactus (*Opuntia ficus indica*) Mucilage in solution, Centro de Investigación en Alimentos y Desarrollo A.C., 152-157.
29. Saag, K.M.L., Sanderson, G., Moyna, P. & Ramos, G., (1975). Cactaceae mucilage composition. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 26, 993–1000.
30. Paulsen, B.S.,& Lund, P.S., 1979. Water-soluble polysaccharides of *Opuntia ficus indica* cv “Burbank’s spineless”. *Phytochemistry* 18, 569–571.
31. Nobel, P.; Cavelier, J. & Andrade, J.L., (1992). Mucilage in cacti: its apoplastic capacitance, associated solutes, and influence on tissue water relations. *Journal of Experimental Botany* 43 (250), 641-648.
32. Sáenz. C. & Sepúlveda, E., (1993). Alternativas de industrialización de la tuna (*Opuntia ficus indica*) alimentos 18 (3), 29-32.
33. Weirong Cai; Xiaohang Lu & Jian Tang, (2007). Extraction, purification, and characterization of the polysaccharides from *Opuntia milpaalta*. *Carbohydrate polymers*, 71, 403-410.

34. Sepúlveda, E.; Sáenz, C.; Aliaga E. & Aceituno C., (2006). Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia spp.* Journal of arid environments, 68, 534-547.
35. Saénz, C., Vásquez, M., Trumper, S. & Fluxá, C., (1992). Extracción y composición química de mucílago de tuna (*Opuntia ficus indica*). Actas: II Congreso Internacional de la tuna y cochinilla. Santiago, Chile, pp. 93–96.
36. Medina-Torres, L.; Gallegos-Infante, J.A.; González-Laredo, R.F. & Rocha-Guzmán, N.E. (2007). Drying kinetics of nopal (*Opuntia ficus indica*) using three different methods and their effects on their mechanical properties. LWT- Food Science and Technology. 1-6
37. Moßhammer, R.M.; Stintzing, C.F. & Carle, R. (2006). Evaluation of different methods for the production of juice concentrates and fruit powders from cactus pear. Innovative Food Science & Emerging Technologies (7), 275-287.
38. Orozco, A.C.; Diaz S.D. & García S.S., (2007). Extracto de Nopal: reología y secado por aspersión, VI Congreso iberoamericano de ingeniería de alimentos (CIBIA VI), 1-9.
39. Amin, E. S.; Awad, O. & El-Sayed, M. (1970). The mucilage of *Opuntia ficus indica*. Carbohydrate Research, 15, 159–161.
40. McCabe, W. L.; Smith, J. C. & Harriott, P. (1998). Unit operations of chemical engineering. McGraw-Hill. New York.
41. Griffith, M. P. (2004). The origins of an important cactus crop, *Opuntia ficus-indica* (Cactaceae): New molecular evidence, American journal of botanic. 91(11); 1915-1921.
42. Núñez-Santiago, M.C.; Méndez, M.G. & Solórsola, F.J. (2002). Introducción a la Reología, Instituto Politécnico Nacional, 1ra edición, Págs. 104.
43. Ramírez-Nava., J. S. (2006). Fundamentos de Reología en Alimentos, JSR e-books, Cali, Valle, Colombia, 1-46.
44. Montgomery D.C, (2005). Diseño y análisis de experimentos, 2ª edición, México LimusaWiley.
45. Association of Official Analytical Chemist (AOAC), (1984). Edited by Sidney Williams, 14 editions, USA.

