



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS

**“OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE MODIFICACIÓN DEL
ALMIDÓN DE MAÍZ CEROSO POR EXTRUSIÓN Y EL USO DE
MEZCLAS DE ALMIDONES MODIFICADOS CON MUCÍLAGO DE
NOPAL PARA LA ENCAPSULACIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE
NARANJA EMPLEANDO EL SECADO POR ASPERSIÓN.”**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE :
LICENCIADA EN QUÍMICA EN ALIMENTOS**

**P R E S E N T A :
CLAUDIA AGUILAR CHÁVEZ**

A S E S O R:

DR. CARLOS ALBERTO GÓMEZ ALDAPA

C O D I R E C T O R:

M. EN C. BENERANDA MURÚA PAGOLA

PACHUCA DE SOTO, HGO. NOVIEMBRE DE 2007





ESTE TRABAJO DE INVESTIGACIÓN SE LLEVÓ A CABO EN EL CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO (UAEH), EN EL CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS (CIQ), EN EL LABORATORIO DE ALIMENTOS 1 BAJO LA DIRECCION DEL DR. CARLOS ALBERTO GÓMEZ ALDAPA Y EN EL LABORATORIO DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL CENTRO DE INVESTIGACIONES Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL I. P. N. (CINVESTAV) UNIDAD QUERETARO, BAJO LA DIRECCIÓN DEL DR. FERNANDO MARTÍNEZ BUSTOS Y M. C. BENERANDA MURÚA PAGOLA.

“He llegado al final de este camino y en mí han quedado marcadas huellas profundas de éste recorrido. Son Madre tu mirada y tu aliento. Son Padre tu trabajo y esfuerzo. Son Maestros tus palabras y sabios consejos, mi trofeo es también vuestro.”

AGRADECIMIENTOS

A Dios, mi Señor, mi Guía, mi Proveedor, mi fin último; sabes lo esencial que has sido en mi posición firme de alcanzar esta meta, esta alegría, que si pudiera hacerla material, la hiciera para entregártela, pero a través de esta meta, podré siempre de tu mano alcanzar otras que espero sean para tu Gloria.

A mis padres por haberme brindado la oportunidad de estudiar la carrera en la **Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo**, por su gran esfuerzo, inmensa dedicación y entera confianza.

Papá, gracias por tu apoyo incondicional, la orientación que me has dado, por iluminar mi camino y darme la pauta para poder realizarme en mis estudios y mi vida. Agradezco los consejos sabios que en el momento exacto has sabido darme para no dejarme caer y enfrentar los momentos difíciles, por ayudarme a tomar las decisiones que me ayuden a balancear mi vida y sobre todo gracias por el amor tan grande que me has dado, te quiero mucho.

Mamá, tu eres la persona que siempre me ha levantado los ánimos tanto en los momentos difíciles de mi vida estudiantil como personal. Gracias por tu paciencia y esas palabras sabias que siempre tienes para mis enojos, mis tristezas y mis momentos felices, por ser mi amiga y ayudarme a cumplir mis sueños, te quiero mucho.

A mi novio Ernesto, por tu apoyo, comprensión y amor que me permite sentir poder lograr lo que me proponga. Gracias por escucharme y por tus consejos (eso es algo que lo haces muy bien). Gracias por ser parte de mi vida; eres lo mejor que me ha pasado. Te amo demasiado mi gordito y tu lo sabes.

A mis hermanos Ely y Fer, por brindarme un hogar cálido y enseñarme que la perseverancia y el esfuerzo son el camino para lograr objetivos, por sus comentarios, sugerencias y opiniones. Además de ser unos buenos amigos, son la mejor compañía para compartir el mismo techo, por todos los juegos, conversaciones, momentos vividos y sobre todo por su apoyo incondicional, aún en la distancia. Me siento orgullosa de ustedes.

A mis sobrinos Edwin y Fer, por vivir y traer nuevas energías al hogar, por dar tanta alegría a mi corazón.

A mi cuñado, por su apoyo y paciencia que me ha dado, mil gracias.

Mamá Esperanza, Mamá Amadita, Tía Lourdes y Tía Lidia, por encomendarme siempre con Dios para que saliera adelante. Yo sé que sus oraciones fueron escuchadas.

A mis primos (Luis, Marco y Godo), por enseñarme que no hay límites, que lo que me proponga lo puedo lograr y que solo depende de mí.

A Ivet y Dany, por su apoyo y cariño incondicional que me han dado.

Mony, cuando me preguntan acerca de nuestra amistad siempre digo que eres una persona con una magia muy especial. Simplemente gracias por haberme elegido, por haberme enseñado no solo a dar sino a aprender a recibir. Gracias por ayudarme a crecer, por dejarme ser parte de tus historias, por enseñarme a descubrir otro mundo y en cada acto volver a nacer. Gracias por estar en mi vida de esta manera tan especial!... Gracias por estar allí.. Gracias por tu amistad. Gracias por el apoyo que me ha brindado tu familia que en verdad lo valoro muchísimo y siento que formo parte de ella, gracias Doña Cristina, Fidel, Ema, Jonathan por dejarme entrar a sus vidas y brindarme su cariño.

CECI, gracias amiga por caminar conmigo, por hacerme con tu afecto mucho más fácil el camino... Gracias amiga por el tiempo que me das y al escucharme aligeras el peso del dolor normal de mi existencia... Gracias amiga por darme ocasión de darte algunas veces, algo de mi misma, haciéndote sentir que me eres importante. Gracias amiga por tomar mi corazón, que como el tuyo, está sediento de cariño por esto y mucho más... GRACIAS AMIGA.

Dr. Carlos, por permitirme ser parte de su grupo de trabajo. Sus consejos, apoyo, sobre todo por su enorme paciencia y opiniones sirvieron para que me sienta satisfecha en la realización de la tesis, gracias por ser mi amigo al cual estimo profundamente, gracias por sus palabras de aliento tan sabias que me hicieron crecer tanto en mis estudios como en mi vida, al igual que a su queridísima familia, gracias Sra. Ena, Carlitos y Carmen por brindarme ese apoyo y cariño incondicional que recibí durante todo este tiempo, en verdad mil gracias nunca los olvidare. Y por favor ya no sea tan enojón, nunca cambie eh!!!!...

Dr. Fernando, por su apoyo en la realización de esta tesis, la oportunidad de trabajar con usted durante el desarrollo del proyecto y de adquirir nuevos conocimientos. Así mismo agradezco al Consejo de Ciencia del Estado de Hidalgo por el apoyo financiero para realizar esta tesis mediante el Proyecto número **Fomix-hgo-2005-c01-44**.

M. en C. Beneranda, por su apoyo en la codirección y sus valiosas sugerencias y acertados aportes durante el desarrollo de este trabajo.

Dra. Elizabeth, Dra. Angélica, Dr. Javier C., Dr. Javier A., Q. A. Oswaldo y M. C. Cerón, por haber revisado mi tesis en profundidad y haber hecho importantes sugerencias para mejorar su contenido, gracias por todo el apoyo recibido.

A mis amigos de Querétaro (Elo, Flor, Bety, Fany, Nestor, Paty, Thomas, Ingrid, Neto, Osaki, Alin, Abigail, Jerónimo, Laura, Meili, Nayely, Toño), los quiero mucho, gracias por la amistad que me brindaron durante mi estancia en esa bella ciudad, gracias a todos ustedes por el apoyo incondicional, los extrañare.....

A Marce, Juan y Eleazar quiero manifestar mi agradecimiento por su buena voluntad, la paciencia, apoyo y la cordialidad que siempre me mostraron en mi estancia en CINVESTAV Querétaro cuando con mis requerimientos les aparté de su trabajo.

A mis Maestros de la Universidad, que participaron en mi desarrollo profesional durante mi carrera, sin su ayuda y conocimientos no estaría en donde me encuentro ahora.

A mis amigos (Dali, Vic, Perla, Mary, Juan, Jorge, Josué, Xochil, Ivonne) ,que estuvieron conmigo y compartimos tantas aventuras, experiencias, desveladas y triunfos. Gracias a cada uno por hacer que mi estancia en la Uni fuera super divertida.

A mis amigos del laboratorio (Alma, Joyce, Perla, Luis, Mario) por hacer que cada pedazo de tiempo fuera ameno. No voy a olvidar sus consejos, enseñanzas y ayuda durante el lapso de mi tesis.

A todos mis compañeros de la carrera, en cada uno de ustedes hay una persona muy especial. He aprendido y disfrutado con ustedes mis horas de estudio, gracias por la ayuda cuando en ocasiones me he sentido perdida y por esa amistad sincera. Los voy a extrañar.

ÍNDICE GENERAL

	Página
ÍNDICE GENERAL	viii
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
ÍNDICE DE CUADROS	xiii
RESUMEN	1
ABSTRACT	2
I. INTRODUCCIÓN	3
II. ANTECEDENTES	5
<i>II.1 NOPAL</i>	5
II.1.1 ORIGEN Y DISTRIBUCIÓN GEOGRÁFICA	5
II.1.2 TAXONOMIA	6
II.1.2.1 FAMILIA <i>Cactaceae</i>	6
II.1.2.2 CARACTERÍSTICAS DE LA SUBFAMILIA <i>Opuntioideae</i>	6
II.1.2.3 GÉNERO <i>Opuntia</i>	7
II.1.3 CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS DEL NOPAL	7
II.1.4 COMPONENTES QUÍMICOS DE LOS CLADODIOS O PENCAS	8
II.1.5 ESTRUCTURA QUÍMICA DEL MUCÍLAGO DE <i>Opuntia</i> <i>ficus indica</i> .	10
II.1.6. PROPIEDADES FUNCIONALES DE LA GOMA DE <i>Opuntia ficus indica</i>	13
<i>II.2 ALMIDÓN</i>	14
II.2.1 GENERALIDADES DEL ALMIDÓN	14
II.2.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ALMIDÓN	15
II.2.3 ALMIDONES MODIFICADOS	20
II.2.3.1 TÉCNICAS DE MODIFICACIÓN QUÍMICA DEL ALMIDÓN	22
II.2.3.1.1 EXTRUSIÓN	26

II.2.3.1.1.1	ELEMENTOS FUNCIONAMIENTO DE LOS EXTRUSORES	27
II.2.3.1.1.2	VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL PROCESO DE EXTRUSIÓN	30
II.2.3.1.1.3	CAMBIOS QUÍMICOS Y NUTRIMENTALES EN LOS ALIMENTOS DURANTE EL PROCESO DE EXTRUSIÓN	30
II.3	ENCAPSULACIÓN	33
II.4	SECADO POR ASPERSIÓN	35
II.4.1	DESCRIPCIÓN DEL SECADO POR ASPERSIÓN	36
II.4.2	VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL SECADO POR ASPERSIÓN	36
II.4.3	ENCAPSULACIÓN POR SECADO POR ASPERSIÓN	38
II.4.4	APLICACIONES DEL SECADO	40
III.	OBJETIVOS	42
III.1	OBJETIVO GENERAL	42
III.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	42
IV.	MATERIALES Y MÉTODOS	43
IV.1	MATERIALES	43
IV.2	DISEÑO Y ANÁLISIS ESTADÍSTICO	43
IV.3	MÉTODOS EXPERIMENTALES	45
IV.3.1	OBTENCIÓN DE LA GOMA DE <i>Opuntia ficus indica</i>	45
IV.3.1.1	ELABORACIÓN DE HARINA DE NOPAL.	45
IV.3.1.2	EXTRACCIÓN DE LA GOMA DE <i>Opuntia ficus indica</i> (OFI).	45
IV.3.2	HIDRÓLISIS DE LA MUESTRA	46
IV.3.3	PROCESO DE EXTRUSIÓN DEL ALMIDÓN HIDROLIZADO	46
IV.3.4	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) DEL ALMIDÓN FOSFATADO Y EXTRUDIDO Y COM MUCÍLAGO	48
IV.4	MÉTODOS ANALÍTICOS	50

IV.4.1	ÍNDICE DE ABSORCIÓN DE AGUA (IAA) E ÍNDICE DE SOLUBILIDAD EN AGUA (ISA) A 30°C Y 75°C	50
IV.4.2	DETERMINACIÓN DE FÓSFORO	51
IV.4.3	MICROENCAPSULACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE NARANJA	54
IV.4.4	DETERMINACIÓN DEL ACEITE SUPERFICIAL (AS), ACEITE TOTAL (AT) Y RENDIMIENTO DE MICROENCAPSULACIÓN (RME) CON MEZCLAS DE ALMIDÓN CEROSO FOSFATADO POR EXTRUSIÓN Y MUCÍLAGO DE NOPAL	55
V.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	56
V.1	ÍNDICE DE SOLUBILIDAD EN AGUA (ISA)	56
V.2	RENDIMIENTO DE ENCAPSULACIÓN	61
V.3	EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO	65
V.4	EFFECTO DEL MUCÍLAGO DE NOPAL SOBRE EL RENDIMIENTO DE ENCAPSULACIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE NARANJA	70
V.5	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)	74
VI.	CONCLUSIONES	79
VII.	BIBLIOGRAFÍA	80
VIII.	ANEXOS	91
VIII.1	ÍNDICE DE SOLUBILIDAD DE AGUA 75°C.	91
VIII.2	ÍNDICE DE ABSORCIÓN DE AGUA 30°C.	92
VIII.3	ÍNDICE DE ABSORCIÓN DE AGUA 75°C	94
VIII.4	CONCENTRACIÓN DE FÓSFORO PRESENTE EN EL ALMIDÓN MODIFICADO	95
VIII.5	PORCENTAJE DE FÓSFORO SUSTITUIDO	97
VIII.6	GRADO DE SUSTITUCIÓN DE FÓSFORO	98

ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
Figura 1 Estructura de los polisacáridos que conforman al mucílago de <i>Opuntia ficus indica</i> (Mc Garvie-Parolis, 1979; 1981).	12
Figura 2 Componentes del almidón: a) Amilosa, polímero lineal flexible compuesto de D-glucosa $[(\alpha-(1-4))]$, b) Amilopectina, polímero ramificado compuesto de D-glucosa $[(\alpha-(1-4))]$ y $[(\alpha-(1-6))]$ (Morris, 1990).	19
Figura 3 Ordenamiento de las moléculas de amilopectina en el gránulo de almidón.	21
Figura 4 Partes del extrusor.	29
Figura 5 Tornillos de compresión.	29
Figura 6 Diagrama de flujo: Proceso de obtención de la goma de <i>Opuntia ficus indica</i> (Ofi).	47
Figura 7 a) Extrusor (CINVESTAV) Y b) Cañón del extrusor.	49
Figura 8 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Solubilidad de Agua, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión	59
Figura 9. Gráfica de superficie de respuesta para el Rendimiento de Encapsulación, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.	64
Figura 10. Gráfica de superficie de respuesta para la Eficiencia de Encapsulamiento, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.	68

Figura 11 Microscopía electrónica de barrido de las capsulas obtenidas durante la optimización del proceso de modificación del almidón por extrusión: a) Tratamiento 1, b) Tratamiento 2, c) Tratamiento 3	77
Figura 12 Micrografía de las cápsulas con mucílago de nopal: a) 5 % de mucílago; b) 10 % de mucílago.	78
Figura 13 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Solubilidad de Agua 75°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión	92
Figura 14 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Absorción de Agua 30°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión	93
Figura 15 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Absorción de Agua 75°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión	95
Figura 16 Gráfica de superficie de respuesta para la Concentración de Fósforo presente en el Almidón Modificado, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión	96
Figura 17 Gráfica de superficie de respuesta para el Porcentaje de Fósforo (%P) Sustituido, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.	98
Figura 18 Gráfica de superficie de respuesta para el Grado de Sustitución (GS) de Fósforo, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.	99

ÍNDICE DE CUADROS

	Página
Cuadro 1. Análisis bromatológico de diferentes especies de nopal realizados en la Universidad de Guanajuato *	9
Cuadro 2. Composición química del nopal *	9
Cuadro 3. Composición química del <i>Opuntia ficus indica</i>	11
Cuadro 4. Forma, composición y propiedades de distintos gránulos de almidón (Según Belitz, 1992)	17
Cuadro 5. Almidones modificados más recomendados para encapsular (Soto, 1995)	23
Cuadro 6. Características y beneficios que aportan los almidones modificados (Anónimo, 2003)	24
Cuadro 7. Factores que influyen en los cambios químicos durante la extrusión empleando extrusores de tornillo simple	32
Cuadro 8. Tipos de coberturas utilizadas en microencapsulación	35
Cuadro 9 Diseño experimental central compuesto para la hidrólisis del almidón y en el proceso de extrusión	44
Cuadro 10. ANOVA; modelo cuadrático para el índice de solubilidad de agua	57
Cuadro 11. Coeficientes de regresión del modelo cuadrático completo para ISA	62
Cuadro 12. ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el rendimiento de encapsulación	63
Cuadro 13. Coeficientes de regresión del modelo cuadrático completo para el rendimiento de encapsulamiento	66

Cuadro 14. ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para la eficiencia de encapsulamiento	67
Cuadro 15. Coeficientes de regresión del modelo cuadrático completo para la eficiencia de encapsulamiento	69
Cuadro 16. ANOVA de una sola vía de la concentración de mucílago sobre el rendimiento de encapsulación de aceite esencial de naranja	71
Cuadro 17. Comparación de medias del rendimiento de encapsulación del aceite esencial de naranja con mezclas de almidón modificado y mucílago de nopal	71
Cuadro 18. Rendimiento y eficiencia de encapsulación de almidones cerosos modificados por diferentes procesos	73
Cuadro 19 Efectos estimados del Índice de Solubilidad en Agua 75°	91
Cuadro 20 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el índice de solubilidad de agua 75°C	91
Cuadro 21 Efectos estimados del Índice de Absorción en Agua 30°C	92
Cuadro 22 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el índice de absorción de agua 30°C	93
Cuadro 23 Efectos estimados del Índice de Absorción en Agua 75°C	94
Cuadro 24 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el índice de absorción de agua 75°C	94
Cuadro 25 Efectos estimados de la Concentración de Fósforo presente en el Almidón Modificado	95
Cuadro 26 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para la concentración de fósforo presente en el almidón modificado	96
Cuadro 27 Efectos estimados del Porcentaje de Fósforo Sustituido	97

Cuadro 28 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el porcentaje de fósforo sustituido	97
Cuadro 29 Efectos estimados del Grado de Sustitución de Fósforo	98
Cuadro 30 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el grado de sustitución de fósforo	99

RESUMEN

RESUMEN

Optimizar las condiciones de extrusión para la modificación química del almidón de maíz ceroso y utilizar mezclas de almidón modificado y mucílago de nopal para encapsular aceite esencial de naranja mediante secado por aspersión. Para cumplir tal objetivo se utilizó un diseño de experimentos central compuesto, en el cual se variaron la concentración de fósforo y la temperatura de extrusión. El almidón de maíz ceroso fue hidrolizado a 60°C y 6 h, una vez hidrolizados fueron fosfatados por extrusión utilizando diferentes concentraciones de la sal de tripolifosfato de sodio y la temperatura media de extrusión. Una vez obtenidas las condiciones óptimas del proceso de extrusión, las cuales fueron seleccionadas en función del rendimiento de encapsulación del aceite esencial de naranja, se utilizó el almidón de maíz ceroso modificado obtenido en las mejores condiciones de extrusión, en mezclas con el mucílago de nopal para encapsular el aceite esencial de naranja. Las condiciones óptimas del proceso de extrusión fueron: concentración de fósforo de 3.67 y la temperatura de extrusión de 167 °C, utilizando el almidón obtenido bajo estas condiciones se logró obtener un rendimiento de encapsulación del 24.77%, este mismo almidón fue utilizado en mezclas con mucílago de nopal en diferentes proporciones (0, 5, 10, 15 y 20% de sustitución) para encapsular aceite esencial de naranja, con estas mezclas se observó que el rendimiento de encapsulación se incrementó en un 14% aproximadamente, dichos resultados presentaron diferencias estadísticamente significativas. Los resultados obtenidos, permiten concluir que el mucílago de nopal incrementa el rendimiento de encapsulación del aceite esencial de naranja por el almidón de maíz ceroso.

ABSTRACT

ABSTRACT

To optimize the extrusion conditions for the chemical modification of the waxy corn starch and for using modified starch and nopal mucilagus mixtures to encapsulate essential oil of orange using spray drying. In order to fulfill this objective was used a experiments desing of central compound, in which the phosphorus concentration and the extrusion temperature were varied. The waxy corn starch was hidrolized to 60°C and 6 h, once hidrolized were phosphatized by extrusion using different concentrations from the salt of tripoliphosphate of sodium and the average temperature of extrusion. Once obtained the optimal conditions of the extrusion process, which were selected based on the yield of encapsulation of the essential oil of orange, the obtained modified waxy corn starch was used in the best conditions of extrusion, in mixtures with nopal mucilagus to encapsulate the essential oil. The optimal conditions of the extrusion process were: 3,67 of phosphorus concentration and 167 °C the extrusion temperature, using the starch obtained under these conditions was obtaining a yield of encapsulation of 24,77%, this same starch was used in mixtures with nopal mucilagus in different proportions (0, 5, 10, 15 and 20% of substitution) to encapsulate essential oil orange, with these mixtures, I am observed that the encapsulation yield increase in approximately a 14%, these results presented/displayed statistically significant differences. The obtained results, allow to conclude that nopal mucilagus increases the yield of encapsulation of the essential oil of orange by the waxy corn starch.

INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN

El nopal en México ha sido utilizado desde tiempos precolombinos como: alimento, medicamento e inclusive de manera empírica como agente modificador de las propiedades funcionales de diversos productos, por ejemplo en la preparación de pinturas naturales y shampoos. En las últimas décadas, el uso de polisacáridos en alimentos se ha incrementado significativamente. Esto ha estimulado el descubrimiento y estudio de nuevos hidrocoloides con propiedades funcionales novedosas o con ventajas económicas sobre las ya existentes. Una alternativa prometedora parece ser la goma obtenida a partir del mucílago del nopal (*Opuntia ficus indica*).

Se sabe que las cactáceas al sufrir un daño mecánico comienzan a exudar un “compuesto mucilaginoso” para sellar y posteriormente reparar este daño. Este mucílago ha llamado la atención, ya que es el responsable de “modificar las propiedades reológicas de los medios acuosos donde interviene”. Actualmente, existen estudios referentes a su composición fisicoquímica, los cuales indican que estos tienen propiedades similares a los exudados gomosos de otras plantas.

Los polisacáridos que componen estas gomas son sustancias hidrofílicas que se caracterizan por disolverse en agua fría. Además, contienen sales neutras de polisacáridos ácidos, unidas de diferentes formas dentro de la misma molécula, las cuales se distinguen por contener ácido D-glucurónico. Algunas propiedades funcionales de las gomas son: la gelificación, la capacidad de incrementar la viscosidad, la estabilización de suspensiones, la capacidad de formar emulsiones y de retener agua; dichas propiedades son susceptibles de afectarse al variar algún parámetro fisicoquímico o la composición de un sistema alimenticio. En las últimas décadas ha aumentado el interés por el uso de hidrocoloides de origen natural, principalmente por la inquietud de mejorar las alternativas existentes en el mercado, buscando hidrocoloides con propiedades funcionales novedosas como por ejemplo la de agente encapsulante.

La encapsulación es un proceso mediante el cual ciertas sustancias bioactivas (sabores, vitaminas o aceites esenciales) son introducidas en una matriz o sistema pared con el objetivo de impedir su pérdida, para evitar que reaccionen con otros compuestos presentes en el alimento o para impedir que se oxiden por efecto del oxígeno. Una ventaja adicional es que un compuesto encapsulado se liberara gradualmente del compuesto que lo ha englobado o atrapado y se obtienen productos alimenticios con mejores características sensoriales y nutricionales. El secado por aspersion es uno de los métodos económicamente más efectivos y más ampliamente usados para el encapsulado de sabores. Muchos vehículos han sido usados para esta aplicación, tales como maltodextrinas, sólidos de jarabe de maíz, goma arábica y almidones modificados. Dichos ingredientes deben tener la capacidad de proporcionar una emulsión estable durante el proceso de secado por aspersion y tener muy buenas propiedades de formación de película para proveer una capa que proteja al ingrediente activo de la oxidación. Un buen vehículo necesita tener un sabor suave, baja viscosidad a alta concentración de sólidos y buena capacidad de estabilización de la emulsión. Con base en lo anterior, se han buscado alternativas a partir de exudados gomosos, por lo que una alternativa interesante es a partir de las cactáceas. Por tal motivo en este trabajo se pretende optimizar el proceso de modificación química del almidón de maíz ceroso empleando el método de extrusión y encapsular aceite esencial de naranja con los almidones modificados y con mezclas de almidones modificados y mucílago de nopal mediante secado por aspersion.

ΑΝΤΕΚΕΔΕΝΤΕΣ

II. ANTECEDENTES

II.1 NOPAL

II.1.1 ORIGEN Y DISTRIBUCION GEOGRÁFICA.

Las cactáceas son originarias del Continente Americano y se distribuyen desde Canadá hasta Argentina. En el Norte se localizan 92 géneros de cactáceas y en el Sur se localizan sólo 51. De los localizados en América del Norte, 61 géneros existen en México y 31 en Estados Unidos, esta distribución ubica como centro de diseminación a México (Bravo, 1978). Bravo y Piña (1979), afirman que México cuenta con más de 100 especies del género *Opuntia*. Villarreal (1958), reporta que el origen de estas plantas, con excepción de las que corresponden al género *Ripsalis*, se encuentra en el Continente Americano, de donde han sido llevadas a Europa, África y algunas regiones de Australia. Rzedowski (1962), manifiesta que los nopales son plantas de reconocida importancia para el hombre; aunque originarios del Continente Americano, han sido introducidos en muchas partes del mundo. De acuerdo con Villarreal R., citado por Villarreal (1958), en 1927 la población de plantas de nopal en la República Mexicana era de alrededor de 8,757,034 plantas, con un rendimiento promedio de 20 kg de tuna por planta y una producción total calculada en 176,763,475 kg de fruto. Marroquín *et al.* (1964), distribuyen las zonas nopaleras del Centro-Norte de México en tres regiones principales:

1. Zona nopalera Potosino Zacatecana, con extensiones que incluyen partes territoriales de Aguascalientes, Jalisco, Durango y Guanajuato.
2. Zona nopalera del Noroeste de México. Comprende la región norte, la planicie costera nororiental, o sea norte de Tamaulipas y norte y oriente de Nuevo León.
3. Zona nopalera difusa. Es la región más amplia de las tres, aunque con notoria menor densidad en individuos por hectáreas. Se extiende desde las

partes calizas de San Luis Potosí, Zacatecas y Nuevo León, hasta Coahuila y partes áridas de Durango y Chihuahua.

II.1.2 TAXONOMIA

II.1.2.1 FAMILIA *Cactaceae*

Esta familia comprende un gran número de géneros y especies; debido a esto, aún existe una gran divergencia en cuanto a su clasificación. Bravo (1978), cita a varios autores y sus aportaciones con respecto a este tema: Britton y Rose, consideran que esta familia se divide en 122 géneros, ordenados en tres tribus: *Pereskieae*, *Opuntiaeeae* y *Cereeae*; sin embargo, Backerber incluye 233 géneros; no obstante, Hunt solamente considera 37 géneros y Buxbaum, divide esta familia en 3 sub-familias que son: *Perskioideae*, *Opuntioideae* y *Ceroideae*, y las subdivide en ocho tribus y nueve subtribus.

II.1.2.2 CARACTERISTICAS DE LA SUBFAMILIA *Opuntioideae*

Cactáceas arborescentes, arbustivas y hasta rastreras; tallos cilíndricos, claviformes, casi globosos o en cladodios, más o menos ramificados; hojas con limbo pequeño, cilíndricos subulado y caduco, sólo en *Pereskiopsis* es laminar aunque carnoso; tubérculos más o menos prominentes, aréolas circulares hasta elípticas, con fieltro, pelos, glóquidas y espinas; las espinas son más o menos largas y delgadas, a veces con vaina papirácea, flores diurnas o vespertinas, sésiles, una en cada aréola, naciendo hacia la extremidad de los tallos; ovarios ínfero, pericarpelo con podarios más o menos prominentes, con aréolas que llevan glóquidas y en ocasiones espinas; receptáculo corto; perianto rotáceo, regular; fruto seco o carnoso, a veces prolífero, semillas de color de lino o negras, discordes, con arilo muy duro, globosas y pilosas en *Pereskiopsis*; de embrión curvo, cotiledones grandes y perisperma bien desarrollado (Bravo y Scheinvar, 1995).

II.1.2.3 GENERO *Opuntia*

En este subgénero, la clasificación de especies es bastante difícil, debido al gran polimorfismo determinado por la hibridación, ya que existen diferencias considerables en las variedades de tetraploides, tanto en el tamaño y forma de sus tallos, como en la sexualidad; presenta las condiciones dioica y hermafrodita. El género *Opuntia* (subgénero *Platyopuntia*) es uno de los más diversificados y abundantes en la República Mexicana; se presentan prácticamente en todos los tipos de vegetación de las zonas áridas y semiáridas y con frecuencia aparecen también en zonas tropicales y templadas (CODAGEM, 1979). Los *Platyopuntia* representan los nopales cultivados por excelencia y también incluyen las especies silvestres cuya fruta tiene amplia aceptación entre la población regional y constituye la materia prima para algunas industrias. Así mismo, este subgénero, abarca las especies forrajeras de mayor significación, aunque comprende algunas otras que no tienen importancia para cualquiera de estos propósitos.

II.1.3 CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS DEL NOPAL

Los nopales son plantas Fanerógamas, Angiospermas, Dicotiledóneas, perennes, con hábitos que van desde ser rastreras hasta arbustivas, con especies y variedades muy espinosas y otras casi sin espinas ni ahuates. Son xerófitas perfectamente adaptadas al medio cálido seco. La succulencia es la principal característica morfológica de los nopales y de las cactáceas. Esta puede considerarse como el sello distintivo de su parte aérea (flores, tallos y frutos) y resulta de la proliferación celular masiva de cientos de tejidos parenquimatosos, asociada a un aumento en el tamaño de las vacuolas y una disminución de los espacios intercelulares. Según Bravo (1978), su estructura y funcionamiento se ha modificado asimismo, para la conservación interna de la humedad, entre cuyas modificaciones puede señalarse:

- 1) La reducción de la superficie de evaporación (formas especiales de tallos);
- 2) Aumento o disminución de volumen según la absorción de agua;
- 3) Raíces con un sistema especial de absorción de agua en época de lluvias;
- 4) Diferenciación de un parénquima clorofiliano en el tallo;
- 5) Mayor espesor de cutícula y membrana celulósica en las células epidérmicas;
- 6) Formación de capas cerosas;
- 7) Estomas hundidos;
- 8) Excrecencias pilosas;
- 9) Elaboración de mucílagos y otros productos higroscópicos;
- 10) Diferenciación de parénquimas acuíferas en tallos y raíces.

Los tejidos son muy ricos en cristales de oxalato de calcio, sustancia que aumenta con la edad de la planta y alcanza hasta el 85% de las cenizas de ésta. El agua puede representar entre el 50 y el 95% del peso total de la planta y este peso disminuye considerablemente en periodos de sequía, al grado que las pencas se reducen hasta la octava parte de su espesor, según la intensidad y duración de la sequía y que éstas estén más o menos tiernas.

II.1.4 COMPONENTES QUÍMICOS DE LOS CLADODIOS O PENCAS

En la Universidad de Guanajuato, se realizaron análisis bromatológicos de diferentes especies de nopal, lo cual fue reportado en CODAGEM (1981) y se muestran en el Cuadro 1. Lastra y Pérez (1978) realizaron estudios sobre la composición química del nopal en Chapingo, México (Cuadro 2). Existen pocos estudios reportados en la literatura que indiquen la composición química del mucilago presente en *Opuntia ficus indica* estos coinciden en la presencia de galactosa (18.4%), arabinosa (42.4%), ramnosa (6.4%) y xilosa (24.5%). Además de ácido galacturónico y ácido urónico, aún cuando éstos están presentes en cantidades pequeñas comparadas con las pectinas (Cuadro 3) (Saag *et al.*, 1975; Mindt *et al.*, 1975; McGarvie y Parolis, 1979, 1981a).

Cuadro 1. Análisis bromatológico de diferentes especies de nopal realizados en la Universidad de Guanajuato *

Componentes	Nopal xoconostle	Nopal Forrajera	Nopal verdura	Nopal princesa	Nopal silvestre	Nopal cultivado
Materia seca	29.90	8.00	7.60	14.20	7.80	7.30
Humedad	64.10	92.00	92.40	85.80	92.10	92.70
Grasa **	2.00	8.20	7.60	1.10	6.60	7.20
Proteína**	0.80	0.25	0.03	0.06	0.03	0.03
Cenizas**	1.80	1.80	1.40	0.60	1.40	1.50
Azúcares Red dir (B. H.)	0.80	0.18	0.09	0.14	0.22	0.23
Azúcares Red tot (B. H.)	0.14	0.98	0.35	0.56	0.71	0.75
Acidez (ácido cítrico)	0.11	0.30	0.24	0.13	0.28	0.33
Ph	4.50	4.40	4.60	.40	4.20	4.20
Sólidos solubles	7.20	5.70	4.90	6.40	5.20	5.00
Pectina (B. S.)	6.04	12.85	13.00	13.31	12.69	10.23
Pectina (B. H.)	1.26	1.40	1.34	1.89	1.00	0.74

* CODAGEM (1981) **Base seca

Cuadro 2. Composición química del nopal *

Especies	Materia seca	Proteína cruda	Extracto etéreo	Ceniza	Fibra cruda	E. L. N.
<i>Opuntia spp.</i>	10.0	20.0	3.0	12.0	8.1	55.0
<i>O. ficus indica</i>	8.0	6.8	1.0	8.88	-----	81.25
<i>O. ficus indica</i>	7.96	4.04	1.43	19.92	8.94	65.67
<i>O. imbricata</i>	10.4	5.0	1.80	17.30	7.80	68.10

*Lastra y Pérez (1978)

II.1.5 ESTRUCTURA QUÍMICA DEL MUCÍLAGO DE *Opuntia ficus indica*.

Adicionalmente, el mucílago contiene una considerable cantidad de ácido galacturónico (8.4 %), el cual tiende a asociarse fuertemente en presencia de iones calcio. La composición química del nopal *Opuntia ficus indica* se presenta en el Cuadro 3. Por otro lado, se ha reportado que la producción de mucílago es una característica de la familia de las cactáceas.

Este es un polisacárido ácido (pH=4.5 a 5.7) que posee una estructura ampliamente ramificada. Las unidades de azúcares del mucílago forman un polisacárido ramificado de ácido galacturónico y ramnosa como unidades centrales. Las cadenas laterales tienen a su vez un esqueleto formado de β -galactosa, el cual se encuentra unido a ramnosas en el eje central, y ramificaciones laterales con unidades de arabinosa, xilosa y galactosa (McGarvie y Parolis, 1979, 1981a), su estructura se presenta en la Figura 1. El mismo estudio indica que el mucílago es esencialmente homogéneo.

La estructura del mucílago está constituida principalmente por azúcares neutros y un azúcar ácido. El pH del medio en el que se encuentra es 4.7. En estudios previos se han reportado proporciones equimolares de ramnosa y ácido galacturónico en el mucílago nativo y en el degradado. La concentración de ramnosa y ácido galacturónico se incrementa con el tiempo de hidrólisis. Una hidrólisis parcial sugiere la presencia de ramnosa y ácido galacturónico en la capa externa principal del mucílago (McGarvie y Parolis; 1981b).

Cuadro 3 Composición química del nopal *Opuntia ficus indica*

ANÁLISIS	CARACTERÍSTICA	FUENTE
HUMEDAD	90-95 %. El agua es el principal componente de los nopales y su contenido varía con la especie, humedad del suelo, la disponibilidad del agua en éste y edad de la planta.	Villarreal <i>et al.</i> , 1963
COMPUESTOS NITROGENADOS	7.33-13.63 % Este elemento se encuentra en compuestos como las proteínas, en las pencas varía de 5.2-23% en base seca.	Villarreal <i>et al.</i> , 1963
LÍPIDOS	1.22 % El contenido de lípidos es bajo. Posee proporciones variables de triglicéridos, ceras, resinas, látex, flavonoides, taninos, pigmentos clorofiloides y carotenoides.	Villarreal <i>et al.</i> , 1963 Bravo-Hollins, 1978
CARBOHIDRATOS	8.49 % Los principales carbohidratos son: glucosa, fructosa, arabinosa, xilosa, galactosa y ácido galacturónico.	Mc Garvie y Parolis, 1979; 1981a
VITAMINAS	Presencia de ácido ascórbico, caroteno, tiamina, riboflavina y niacina.	Villarreal <i>et al.</i> , 1963
OTROS COMPUESTOS ORGÁNICOS	Se encuentran en menor proporción: almidones, aceites, celulosa, sustancias pécticas, ceras, saponinas, aceites esenciales, resinas, latex, fenoles, pigmentos y alcaloides.	Villarreal <i>et al.</i> , 1963
GOMAS	Esta formada por: ácido galacturónico, Larabinosa, D-xilosa, D-galactosa, y trazas de L-ramnosa.	Bravo-Hollins., 1978

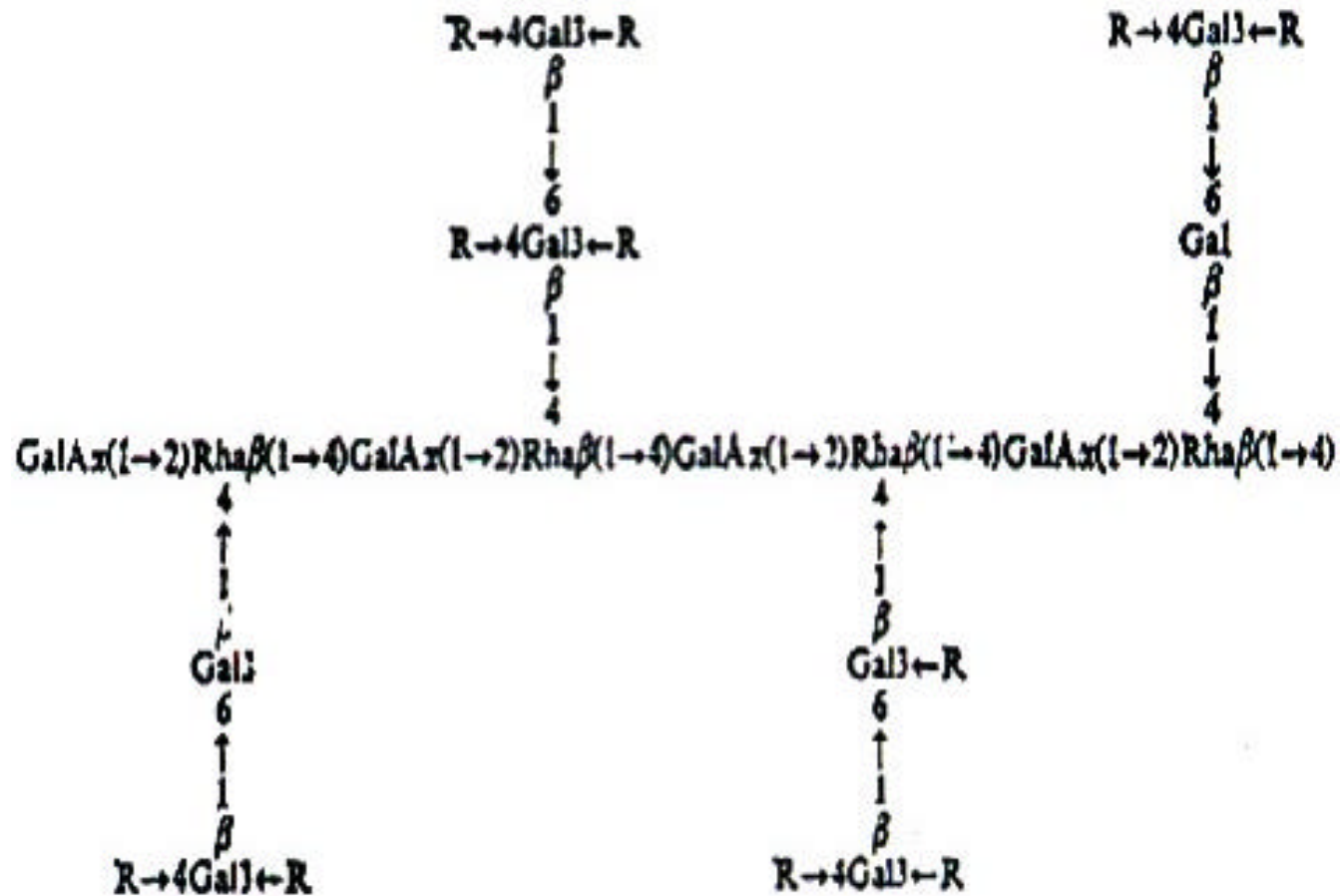


Figura 1. Estructura de los polisacáridos que conforman al mucílago de *Opuntia ficus indica* (Mc Garvie y Parolis, 1979; 1981a).

II.1.6 PROPIEDADES FUNCIONALES DE LA GOMA DE *Opuntia ficus indica*

Los primeros trabajos reportados sobre las propiedades funcionales de la goma de *Opuntia ficus indica* son los referentes a Trachtenberg y Mayer (1982). Estos autores reportaron que el mucílago purificado es una molécula constituida por un heteropolisacárido de alto peso molecular con variación en el contenido de ácido urónico y cuya viscosidad intrínseca en solución acuosa reporta valores en un intervalo de 1500-2000 cm³/g. Los autores sugieren que esta molécula es polielectrolítica cargada negativamente.

Trachtenberg *et al.* (1982), observaron que remplazando la solución acuosa por un buffer como disolvente se presentó una reducción en la viscosidad intrínseca, tal vez debida a un efecto electrostático. Además, el incremento del pH en la región ácida causa un incremento en la viscosidad intrínseca, debido a que los grupos carboxilos de la estructura del mucílago son ionizados. Concluyeron que la adición de iones Ca⁺⁺ previene el incremento de la viscosidad intrínseca en la región ácida (pH<7.0) debido a las ligaduras de los grupos carboxilos, lo que evita su ionización. Por lo que, el pH e iones Ca⁺⁺ afectan las propiedades hidrodinámicas (la viscosidad intrínseca) de la molécula de mucílago.

El uso de las cactáceas como fuentes de gomas es muy reducido. Comercialmente sólo se conoce el uso de la goma de cholla, la cual se extrae de la planta "*Opuntia fulgida*" y es usada como adhesivo (Saag *et al.*, 1975). Además, esta goma es utilizada como espesante y estabilizador. Sin embargo, las posibilidades de utilización de la goma de *Opuntia ficus indica* son prometedoras dada la similitud que presenta en su estructura química descrita a continuación con algunas gomas comerciales (pectinas y alginatos, por ejemplo). Normalmente, casi todas las gomas son solubles en agua fría, dando como resultado líquidos mucilaginosos. De acuerdo a lo reportado en la literatura, "mucílago" es una designación que se usa para definir ciertas sustancias gelatinosas que se encuentran en algunas plantas naturales (Saag *et al.*, 1975).

El mucílago puede existir como una sustancia intracelular y muchas veces es una reserva de alimento o de agua. Los mucílagos han sido divididos en tres grupos, de acuerdo a sus características químicas (Saag *et al.*, 1975):

1. Los polisacáridos neutros que contienen uno o más azúcares residuales, unidos a su vez a través de grupos reductores, con la formación de sustancias de alto peso molecular.
2. Polisacáridos que contienen residuos de ácido urónico, así como otros residuos de azúcares.
3. Los mucílagos de algas que contienen sales, ésteres y azúcares formadores de moléculas de alto peso molecular. En general, los mucílagos son generalmente hetero polisacáridos, conteniendo una variedad de ácido urónico.

II.2 ALMIDÓN

II.2.1 GENERALIDADES DEL ALMIDÓN

El almidón es el principal carbohidrato de reserva sintetizado por las plantas superiores constituyendo una fuente de energía esencial para muchos organismos, especialmente el hombre (Buléon *et al.*, 1990). Actualmente, existe la tendencia a consumir alimentos más saludables reduciendo el consumo de azúcar refinada y grasa, substituyéndolos por productos derivados de almidón.

Sin embargo, en nuestra cultura el principal propósito de la utilización del almidón y sus derivados es más importante desde el punto de vista estético que nutricional. La razón de lo anterior es que este biopolímero constituye una excelente materia prima para modificar la textura, apariencia y consistencia de los alimentos; sin embargo, no sólo la cantidad de almidón sino de igual manera el tipo de almidón son críticos para conferir la textura deseada a un alimento en particular (French, 1984; Biliaderis, 1991).

Su funcionalidad depende del peso molecular promedio de la amilosa y la amilopectina, así como de la organización molecular de estos glucanos dentro del gránulo. Los almidones nativos se utilizan porque regulan y estabilizan la textura y por sus propiedades espesantes y gelificantes (Cousidine, 1982).

Sin embargo, la estructura nativa del almidón puede ser menos eficiente debido a que las condiciones del proceso (e.g. temperatura, pH y presión) reducen su uso en otras aplicaciones industriales, debido a la baja resistencia a esfuerzos de corte, descomposición térmica, alto nivel de retrogradación y sinéresis. Las limitaciones anteriores se pueden superar modificando la estructura nativa por métodos químicos, físicos y enzimáticos (Fleche, 1985).

II.2.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ALMIDÓN

El almidón está compuesto esencialmente de polímeros de D-glucosa (98 – 99 %). Químicamente, el almidón consiste de dos polímeros de diferente estructura, amilosa (24 al 27%) y amilopectina (77 al 76%), además de que en algunos almidones se ha identificado un tercer componente denominado material intermedio (Biliaderis, 1991). La proporción de estos dos polímeros y su organización física dentro de la estructura granular le confieren propiedades fisicoquímicas y funcionales características a los diferentes almidones. Por lo tanto, la estructura del almidón necesita ser considerada a dos niveles distintos: a) a nivel molecular, que se refiere a la cantidad, estructura fina, tamaño y forma de las moléculas y b) a nivel de la estructura súper molecular del granulo (Biliaderis, 1991). El almidón está organizado en partículas discretas conocidas como gránulos cuya morfología, composición química y estructura súper molecular (o arreglo relativo de las macromoléculas en el estado sólido) son característicos de cada especie (Cuadro 4). El tamaño de gránulo, incluyendo la distribución del tamaño, son características que afectan las propiedades funcionales de los gránulos de almidón. Estos cuando se extraen y se secan tienen la apariencia de un polvo blanco y son insolubles en agua fría.

En forma general presentan la composición química siguiente: 0.06-0.45% de proteína, 0.05-0.8% de lípidos y 0.08-0.5% de cenizas y el resto lo forma el almidón propiamente dicho (Guilbot y Mercier, 1985). Todos estos constituyentes juegan, en menor o mayor medida, un papel importante en las propiedades funcionales del almidón.

De acuerdo al contenido de amilosa, los almidones se pueden clasificar en diferentes grupos como son los almidones cerosos que contienen muy poca cantidad de amilosa, alrededor de 1 %, los normales contienen entre 18 – 30% de amilosa y los altos en amilosa que contienen 70 % o más de este polímero (Chehtel, 1976).

La amilosa es un polímero lineal (Fig. 2a) que contiene en promedio, de 500 a 6000 unidades de D-glucosa unidas mediante enlaces α – (1-4), sin embargo, se ha demostrado la presencia de cierta cantidad de enlaces α – (1-6) en esta macromolécula (Thomas y Atwell, 1999a). Dichas ramificaciones se encuentran de manera espaciada e infrecuente, lo que permite afirmar que la amilosa se comporta como un polímero lineal (Lineback y Rasper, 1988).

La configuración de la amilosa en solución ha estado en controversia, se han propuesto tres modelos: a) helicoidal, b) una hélice interrumpida, c) espiral al azar. Se ha concluido que en solución a temperatura ambiente, la rotación de los enlaces D-glucosídicos presentan impedimento por los factores estéricos y la estructura que se puede encontrar es en forma helicoidal, o hélice interrumpida. Se ha considerado que las regiones helicoidales son relativamente rígidas y presentan de 10 a 15 giros por región (Whistler y Daniel, 1984).

CUADRO 4. Forma, composición y propiedades de distintos gránulos de almidón (Según Belitz, 1992).

Fuente	Forma ^a	Diámetro (µm)	Cristalinidad (%)	Temp. de gelificación (°C)	Hinchamiento a 95 °C	Amilosa		Amilopectina	
						Proporción (%)	DP _n	K _f ^d	DP _n ^e
Cereales									
⊕ Trigo	l,p	2-38	36	53-65	21	26-31	2100	0.21	19-20
⊕ Centeno	l	12-40		57-70		28		0.74	26
⊕ Cebada	l	2-5		56-62		22-29	1850		26
⊕ Maíz	P	5-25	20-25	62-70	24	28	940	0.91	25-26
1. Amiláceo			39	67-87		52-80	1300	0.11	23
2. Céreo	P			63-72	64	0-1			20-22
⊕ Centeno		5-15		56-62		27	1300		20
⊕ Arroz	P	3-8	38	61-78	19	14-32		0.59	
1. Céreo				55-65	56	1			
⊕ Mijo	P,e	4-12		69-75 ^g	22 ^g				
⊕ Sorgo	P,e	4-24		69-75 ^g	22 ^g	21-34			
1. Céreo				68-74	49				
Leguminosas									
⊕ Judías (horsebean)	E,h	17-31		64-67		32-34	1800	1.03	23
⊕ Guisante (liso)	R(s)	5-10		57-70 ^h		33-35	1300	1.66	26
⊕ Guisante (rugoso)	R(c)	30-40		57-70 ^h		63-75	1100	0.91	27
Raíces y tubérculos									
⊕ Patata	E	15-100	25	58-66		23	3200	0.58	24
⊕ Mandioca	Semi e-e	5-35	38 ^f	52-64		17		1.06	

^a l: forma de lenteja; p: poliédrico; e: esférico; h: forma de huevo; s: sencillo; c: compuesto. ^b Peso del almidón hinchado referido a su peso seco; se ha considerado la pérdida de los polisacáridos solubles. ^c Referido a la suma de amilosa y amilopectina, ^d mg yodo/100mL de almidón. ^e Grado de polimerización medio determinado por degradación de las ramificaciones con pululanasa o isoamilasa. ^f Tapioca. ^g Sorgo. ^h Guisante. DP_n: Grado de polimerización promedio en número. K_f: constante de fijación de yodo.

Este biopolímero se ha considerado que es el responsable de la retrogradación a corto tiempo en los alimentos hechos a base de almidón, así mismo, se ha demostrado que es más susceptible a formar complejos con moléculas anfipáticas (moléculas que tienen una parte polar y una parte apolar tales como algunas clases de lípidos). Debido a la naturaleza lineal de la amilosa y su flexibilidad como consecuencia, se asume que esta molécula le confiere al gránulo de almidón la parte amorfa. La amilopectina es un polímero ramificado formado de unidades de glucosa unidos principalmente por enlaces α -(1-4) (Fig. 2b) y en los puntos de ramificación por enlaces α -(1-6). Las ramificaciones se localizan cada 15 a 25 unidades de glucosa.

La enzima β -amilasa ataca los enlaces α -(1-4) de la amilopectina para producir dextrinas β -límite (que son las cadenas residuales que contienen los puntos de ramificación), un ataque posterior con pululanasa o isoamilasa, que actúan sobre los enlaces α -(1-6), permite obtener maltosa. En promedio, existe un punto de ramificación cada 15-30 restos de glucosa, si bien su reparto es bastante irregular (Figura 3). El peso molecular de la amilopectina varía entre 10^6 y 10^7 daltons, estas variaciones dependen del origen botánico del almidón.

La amilopectina calentada en agua, proporciona soluciones claras y de alta viscosidad, que son además filamentosas y cohesivas. Esta molécula se encuentra en una proporción de 70-80%, en ciertos casos alcanza niveles de hasta un 98-99% en los almidones tipo ceroso o "Waxy". Dependiendo de la fuente botánica del almidón (Zobel, 1988); su estructura, composición química y proporción en el almidón, contribuyen notablemente en sus propiedades funcionales, por esta razón, ha sido estudiada ampliamente en términos de su tamaño molecular, ramificaciones y longitud de las cadenas internas y externas.

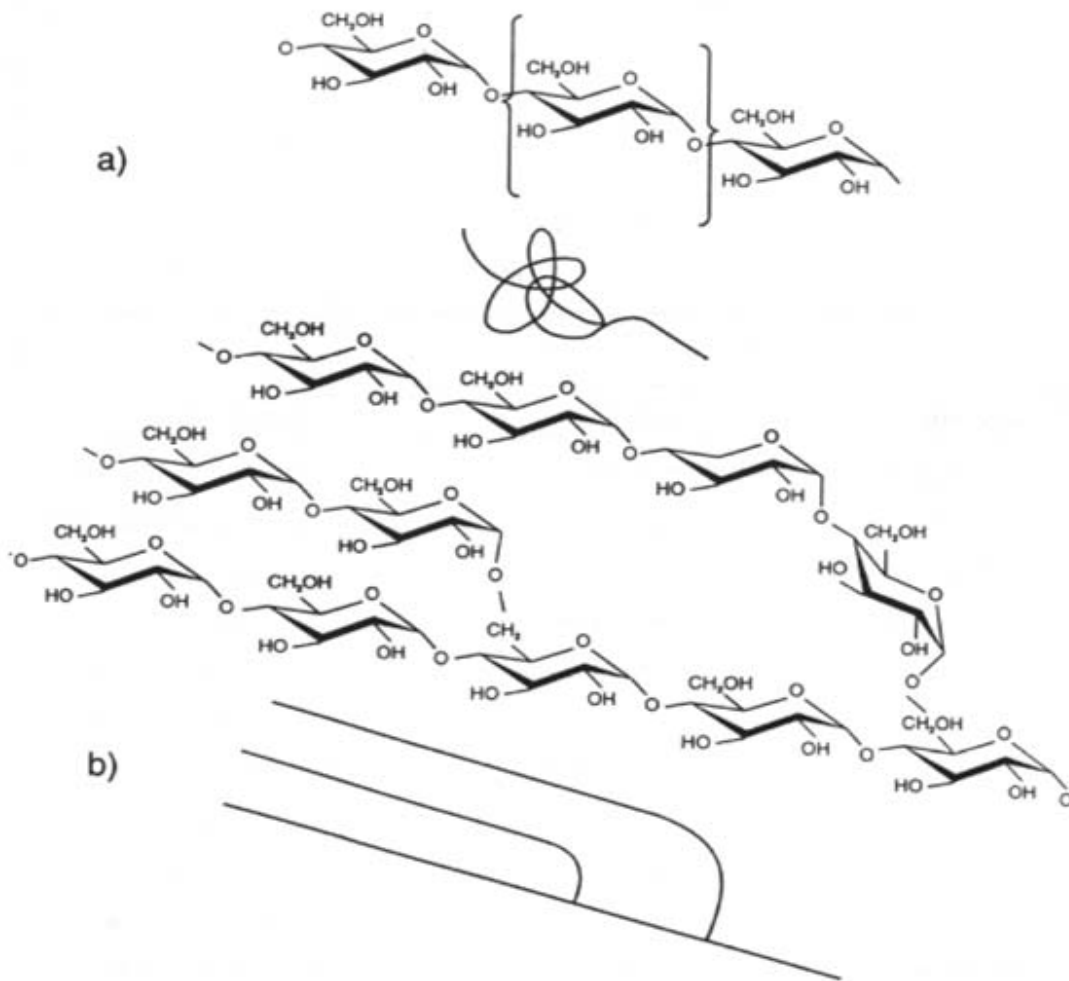


Figura 2. Componentes del almidón. a) Amilosa, polímero lineal flexible compuesto de D-glucosa (α -(1-4)), b) Amilopectina, polímero ramificado compuesto de D-glucosa (α -(1-4)) y (α -(1-6)). (Morris, 1990).

En 1972, French propuso el modelo de racimo para describir la forma en la cual la estructura ramificada de la amilopectina se encuentra en los gránulos de almidón nativo, el cual consiste de regiones cristalinas y amorfas en forma alternada. Las cadenas se organizan en dobles hélices, las cuales tienen una longitud de 6 nm de largo.

Las áreas intercristalinas (amorfas) se presentan a intervalos de 0.6-0.7 nm y contienen la mayor cantidad de enlaces $\alpha(1-6)$, siendo relativamente susceptibles a los agentes hidrolíticos (ácidos y enzimas). En general, la molécula de amilopectina es de 1.0 a 1.5 nm de diámetro y de 12 a 40 nm de longitud (Manners, 1989). La amilosa es el componente que contribuye a la característica de retrogradación, mientras que la amilopectina es la fracción no gelificante que contribuye a la viscosidad dando consistencia a los alimentos debido a su alta solubilidad.

Las cadenas externas (A) están unidas por enlaces glucosídicos a través de su grupo reductor del C₆ del residuo de glucosa a las cadenas internas (B), tales cadenas están definidas como cadenas que soportan otras cadenas como ramificaciones. A la cadena C (se presenta una por molécula) que contiene un grupo terminal reductor se le unen otras cadenas como ramificaciones (cadenas B) (Buléon *et al.*, 1998).

II.2.3 ALMIDONES MODIFICADOS

Los procesos de modificación de los almidones se realizan para introducir alguna funcionalidad específica deseada cambiando sus propiedades para así obtener mejores productos. Los almidones modificados son abundantes, funcionales y muy útiles como ingredientes alimentarios. Las modificaciones pueden ser químicas o físicas.

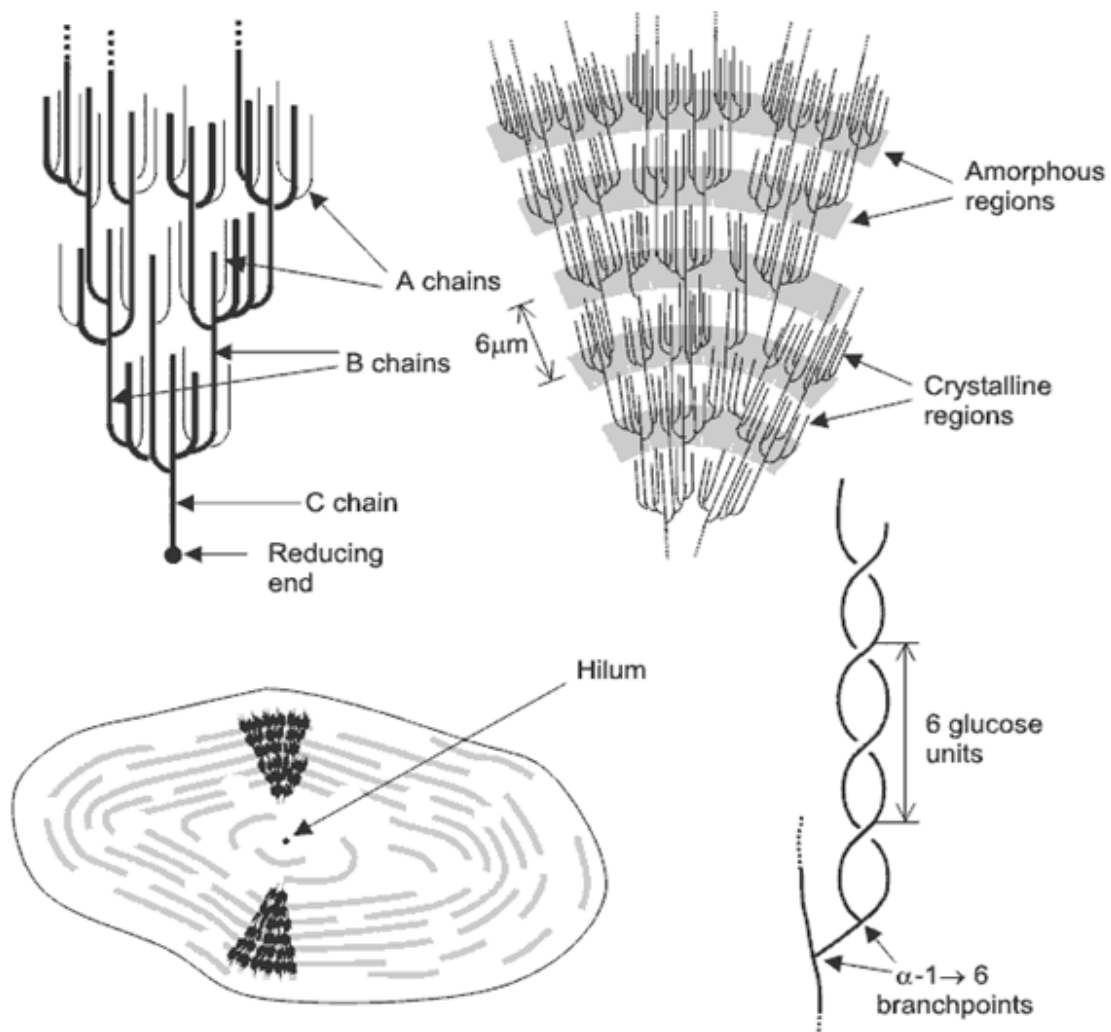


Figura 3. Ordenamiento de las moléculas de amilopectina en el gránulo de almidón.

Las modificaciones químicas comprenden la oxidación, la formación de enlaces cruzados, estabilización y depolimerización, estas modificaciones producen los mayores efectos en cuanto a funcionalidad, sin embargo, los almidones modificados generalmente son preparados mediante combinaciones de dos, tres y en ocasiones cuatro procesos, las modificaciones físicas producen productos pregelatinizados y productos capaces de absorber agua fría.

Cualquier almidón de maíz, papa, tapioca, trigo, arroz, etc., puede ser modificado, sin embargo las modificaciones más significativas en la práctica son las que se realizan al almidón de maíz, tanto al maíz común como al ceroso, y al almidón de papa, en segundo término pueden citarse las modificaciones realizadas a los almidones de tapioca y trigo (Ayala y Montes, 2004). En el Cuadro 5 se presentan las características principales de algunos almidones modificados recomendados para utilizarse como agentes encapsulantes, en el Cuadro 6 se resalta la importancia que están adquiriendo estos almidones y el impacto que tienen sobre el producto final.

II.2.3.1 TÉCNICAS DE MODIFICACIÓN QUÍMICA DEL ALMIDÓN.

Los almidones nativos de diferentes fuentes vegetales presentan propiedades únicas, que son utilizadas por los procesadores de alimentos para necesidades específicas. Sin embargo, los almidones nativos presentan ciertas limitaciones funcionales en el amplio rango de aplicaciones de la industria alimentaria, ya que ésta requiere que los almidones resistan las condiciones de procesamiento, de distribución, de almacenamiento y las condiciones finales del procesamiento aplicadas por el consumidor. Por ello se ha hecho necesaria la modificación química de los almidones, estas modificaciones incluyen la hidrólisis ácida, el entrecruzamiento, la sustitución o estabilización y conversión (Thomas y Atwell, 1999b).

Cuadro 5. Almidones modificados más recomendados para encapsular.

ALMIDÓN MODIFICADO	DESCRIPCIÓN
CAPSUL	Almidón modificado de grado alimenticio, obtenido a partir del almidón céreo, diseñado para encapsular expresamente saborizantes. Es un polvo blanco cremoso con 5 % de humedad y pH aproximado de 3, posee propiedades emulsificantes y su uso principalmente para aceites vegetales, cítricos y saborizantes además de permitir un eficiente secado por aspersión. Tiene alta capacidad de retención de aceite, fácil dispersibilidad y alta densidad aparente.
NATIONAL – 46	Es un producto de baja viscosidad diseñado para el encapsulamiento de aditivos cítricos, aceites, saborizantes delicados. Este producto es una modificación del producto denominado CAPSUL para la aplicación específica de sabores altamente oxidables como los aceites esenciales de cítricos. Es un polvo blanco cremoso con 6 % de humedad y pH de 3.
N - LOK	Es un producto diseñado para la encapsulación de sabores, grasas, aceites y vitaminas, porque es un agente encapsulante excelente, previniendo la oxidación, es un polvo blanco con humedad aproximada de 6 % y pH de 4. Las características de este encapsulanate son: el color claro sin impartir sabor, solubilidad en agua fría que elimina el calentamiento necesario para la mayoría de los agentes encapsulantes como sustitutos de la goma arábica, buenas propiedades de estabilización de emulsiones e impartición de baja viscosidad a sus dispersiones.

Fuente: Soto, 1995.

Cuadro 6. Características y beneficios que aportan los almidones modificados.

APLICACIÓN	RECOMIENDA NACIONAL STARCH	DOSIS RECOMENDADA	CARACTERÍSTICAS Y FUNCIONES DEL ALMIDÓN	BENEFICIOS PARA EL USUARIO Y CONSUMIDOR
S I S T E M A S P A R A E N C A P S U L A D O	CAPSUL	30-40 % de sólidos	Buen formador de pared. Baja viscosidad. Recomendado en un 20 % para cargas de aceite volátil, más para sistemas de menor carga.	Alta retención del aceite. Alto contenido de sólidos, lo que facilita el secado. Buena estabilidad de la emulsión.
	NADEX 722	20-35% de sólidos		
	N - LOK	30-40% de sólidos	Solubilidad en agua fría. Formador de película. Baja viscosidad. Recomendada en una carga del 20 % de aceite. Alta resistencia a la oxidación.	Buena retención de aceite. Estabilidad de la emulsión. Preserva el sabor.
	SERIE HI – CAP	30-40% de sólidos	Solubilidad en agua fría. Baja viscosidad. Recomendado con cargas de hasta 40 % de aceite volátil.	Excelente retención de aceite. Preservador de sabor. Estabilidad en el secado por aspersión. Reduce costos.
	ENCAPSUL 855 SERIE CRISTALTEX	20-40% de sólidos	Agente de uso general en encapsulado. Buen vehículo para sabores y especias. Emulsificador y Baja viscosidad.	Buena retención del aceite. Reduce costos de producción, envío, envasado.
SUSTITUTO DE CREMA Y GRASAS SECADOS POR ASPERSIÓN	N - CREAMER 46	3-5% de sólidos	Buena dispersabilidad. Agente opacificante. Proporciona una alta cremosidad.	Reemplaza ingredientes caros. Estabilidad en el secado por aspersión.
RECUBRIMIENTOS ABSORBENTES	N – ZORBIT M NATIONA 5730	10-30% de sólidos	Elevada área superficial. Soluble en agua.	Absorbe altos niveles de productos aceitosos.
ENCAPSULACIÓN SABORES POR EXTRUSIÓN	HYLON VII	10-40% de sólidos	Almidón con alto contenido de amilosa que proporciona una plasticidad y formación de la película en el proceso.	Alto potencial de encapsulado.

Fuente: Anónimo, 2003

HIDRÓLISIS: Se realiza por métodos enzimáticos o con soluciones de ácidos, como, el clorhídrico o sulfúrico, aplicando calor para facilitar la hidrólisis de los enlaces glucosídicos. Enzimáticamente se utilizan α -, β -amilasas, amiloglucosidasas, pululanasa y fosforilasas. Obteniendo productos como jarabes de maíz, mezcla de dextrinas, maltosa, glucosa, dextrinas (que no cristalizan), glucosa y almidón modificado. Esta modificación da como resultado que el almidón forme geles de gran claridad y muy fuertes, y soluciones de menor viscosidad (Fennema, 2000).

FLUIDIZACIÓN ÁCIDA: Se emplean ácido clorhídrico o bien ácido sulfúrico, se realiza una hidrólisis parcial, es decir el ataque del ácido se realiza sólo en las regiones amorfas del almidón, obteniendo geles más firmes a menores temperaturas.

OXIDACIÓN: Se realiza con hipoclorito y clorito de sodio, los cuales reaccionan con los carbonos 2, 3 y 6 en un D-glucopiranosil, generalmente el 25% del reactivo actúa con los carbonos; mientras que el 75% restante oxida a los grupos hidroxilos. Se obtiene una despolimerización parcial que reduce la viscosidad y la tendencia a la retrogradación (Fleche, 1985).

ESTABILIZACIÓN MEDIANTE ETERIFICACIÓN O ESTERIFICACIÓN: La modificación se realiza empleando ácido acético y anhídrido acético o hidroxipropilo, obteniendo así resultados, como la reducción del inicio del punto de gel del almidón, modifica también las propiedades del gel del almidón y mejora el tiempo de conservación, mejora la resistencia a los ciclos de congelación/descongelación y la sinéresis y por último mejora la claridad del gel de almidón.

PREGELATINIZACIÓN: Consiste en disociar o fragmentar físicamente el gránulo de almidón por medio de un tratamiento con calor mínimo (Pitchon *et al.*, 1986). El proceso de pregelatinización se utiliza para producir almidones solubles

en frío, que espesan el material o alimento cuando se añade agua fría o templada, proporcionando una excelente textura a alimentos procesados en frío o instantáneos y también se usa para mantener la estructura granular del almidón, reduciendo la tendencia de formar grumos (Stute, 1992).

RETICULADO: Cross-linking con fosfatos o adipatos. Las principales sales inorgánicas que se utilizan para la producción de almidón fosfatado monoéster son el tripolifosfato de sodio (TPS), con el que se obtienen almidones con bajo grado de sustitución (menor de 0.2) y el ortofosfato monosódico, el cual produce almidones con alto grado de sustitución (mayor de 0.2); (Solares, 1989). También se utiliza el anhídrido succínico y oxiclóruo de fósforo. Las pastas de los derivados del almidón fosfatado usualmente exhiben mejores características de claridad, estabilidad a bajas temperaturas y propiedades emulsificantes (Thomas y Atwell, 1999c). Esta técnica se emplea para:

- ⊕ Mejorar la resistencia a altas temperaturas, bajo pH y elevado cizallamiento.
- ⊕ Modificar la textura que proporciona el almidón cocido.

La fosfatación del almidón se puede realizar por el método convencional descrito por Paschall (1964) o por medio de extrusión según la metodología descrita por Chang y Lii (1992).

II.2.3.1.1 EXTRUSION

La extrusión se realiza mediante un extrusor en el cual se aplican a la muestra fuerzas de cizalla, diferentes zonas de calentamiento específicas; el almidón sale del extrusor a través de un dado pequeño, y el almidón se expande por la diferencia de presión y humedad (Lee y Kim, 1990). Los almidones fosfatados por extrusión muestran viscosidad, temperatura y entalpía de gelatinización más bajas que los almidones fosfatados, obtenidos por el método convencional. Tal comportamiento puede ser atribuido al alto porcentaje de daño

en el granulo del almidón en el momento de la extrusión por las fuerzas de cizalla, alta presión y temperatura aplicada en el proceso (Davison y col., 1984). Los extrusores son equipos que dan forma uniforme a los productos de manera continua, al forzar los materiales a fluir por medio de un tornillo sin fin, a lo largo de un cilindro y pasar a través de un orificio, conocido como dado ó boquilla. La mayor parte de los extrusores realizan el mezclado y la conversión de los materiales alimentados en masas manejables que puedan fluir a través de la boquilla.

II.2.3.1.1.1 ELEMENTOS Y FUNCIONAMIENTO DE LOS EXTRUSORES

En la figura 4 se muestran las partes más importantes de un extrusor sencillo. Se observa una tolva alimentadora, la que permite proporcionar en flujo uniforme y constante a la entrada del equipo. El tornillo es la parte central del extrusor que ejecuta las operaciones de mezclado, amasado, corte, cocimiento y avance de material, que se llevan a cabo dentro del cilindro y, por último, la boquilla que le da forma al producto final (Harper, 1981).

El canal donde gira el tornillo, en la mayoría de los casos, es una superficie cilíndrica, que produce los esfuerzos cortantes en el material y sirve además como superficie de transferencia de calor, ya sea para calentar o enfriar. Al generar calor por la fricción producida entre el material y las superficies metálicas del tornillo y del cilindro, es posible cocer la materia prima y finalmente obtener un producto precocido o totalmente cocido.

En la figura 5 se muestra los diferentes tipos de tornillos de compresión que existen. Las características principales del tornillo de un extrusor son la profundidad entre la base del tornillo y el interior del cilindro, su altura y el número de alabes. Otra parte importante del extrusor es el cilindro, que es donde se realiza el mezclado, corte del material y elevación de la temperatura del producto que se está elaborando.

El material impulsado por el tornillo tiende a deslizarse a través del cilindro; para regular este deslizamiento se agregan obstrucciones al cilindro, que pueden ser ranuras con bordes filosos, pernos, etc.; al chocar el producto en proceso contra los pernos o bordes del cilindro se aumenta el tiempo de residencia, produciendo la fricción que eleva la temperatura y la presión hasta un valor predeterminado. A lo largo del cilindro y del tornillo se distinguen 3 secciones (Harper, 1981):

Sección de alimentación: caracterizada por alabes hondos, los cuales fácilmente aceptan los ingredientes crudos y los transportan hacia la salida del extrusor. Durante el transporte, los materiales son transformados en una masa continua, el aire es expelido y los espacios vacíos son eliminados, haciendo que los alabes se llenen completamente.

Sección de compresión o alimentación: en el cual los ingredientes húmedos se convierten en una masa termoplástica por la gelatinización del almidón y la hidratación de la proteína. La zona de compresión es usualmente caracterizada por una disminución en la altura de los alabes, los cuales reducen el área de sección transversal del tornillo para el flujo; esto incrementa la relación esfuerzo cortante:energía mecánica suministrada al alimento, lo cual produce un aumento de temperatura.

Sección de cocimiento: que es donde el flujo, la presión, compresión y velocidad de corte son altos. Esta zona se caracteriza por tener una altura menor de los alabes que en la zona de compresión. La masa termoplástica se transforma en una masa plástica como resultado de la conversión de la energía mecánica en energía térmica, la acción del corte en esta zona homogenizada adiciona más calor a la mezcla.



Figura 4. Partes del extrusor



Figura 5. Tornillos de compresión.

II.2.3.1.1.2 VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL PROCESO DE EXTRUSIÓN.

Actualmente la extrusión-cocción a alta temperatura por tiempo corto es una de las tecnologías de procesamiento más eficientes que existen. Es un proceso versátil que puede manufacturar una gran cantidad de productos alimenticios de origen animal o vegetal (Padmanabhan y Bhattacharya, 1989).

Este método presenta grandes ventajas respecto a otros sistemas de cocimiento tradicionales, algunas de las cuales se mencionan a continuación:

- 1) Versatilidad, ya que permite cocer y procesar diferentes formulaciones de productos con el mismo equipo.
- 2) Dar diferente forma y cierta textura a los productos.
- 3) Capacidad de producción continua.
- 4) Operación eficiente del equipo con poco personal y gasto de energía, además de requerir un espacio mínimo de trabajo.
- 5) Pasteurización de los productos terminados, y
- 6) El procesamiento no genera efluentes.

Algunas de las desventajas del proceso de extrusión es que el tratamiento térmico, a pesar de que es por un tiempo corto, alcanza a dañar a algunos componentes químicos de los productos extrudidos. Entre ellos está el causado a las proteínas y a las vitaminas (Camire *et al.*, 1990).

II.2.3.1.1.3 CAMBIOS QUÍMICOS Y NUTRIMENTALES EN LOS ALIMENTOS DURANTE EL PROCESO DE EXTRUSIÓN.

Dentro del barril de extrusor, se presentan transformaciones químicas únicas. Estos cambios, acoplados con la composición variable de alimentos, son un reto importante para los tecnólogos en alimentos. La extrusión de alimentos proviene de la extrusión de polímeros sintéticos y plásticos; éstos son muchos

más homogéneos y no tienen las dificultades encontradas con los alimentos (Raiz, 2000). El proceso de extrusión afecta las características fisicoquímicas y funcionales del almidón, Chang y Johnson (1977) y Owusu-Owusu-Ansah *et al.*, (1983) mostraron que el almidón sufre una ruptura de los enlaces glucosídicos cuando es sometido al proceso de extrusión. Además de ser usado para producir almidones modificados y así desarrollar propiedades funcionales deseable (Thomas y Atwell, 1999a).

Típicamente, los experimentos de extrusión utilizan sólo dos o tres variables de proceso, aunque muchos factores son importantes (Cuadro 7). Las operaciones del extrusor pueden seleccionar parámetros para los factores primarios y de estos factores determinar un grupo secundario de factores; energía mecánica específica (EME), temperatura de masa o producto (TP) y presión. Estos factores influyen en la viscosidad del alimento dentro del barril del extrusor, además el tiempo de residencia del material en el extrusor y el corte mecánico aplicado al alimento. Las variaciones causadas por la composición de alimento y por el procesamiento previo de los materiales alimenticios son fuentes importantes de la variación experimental (Harper, 1986; Riaz, 2000).

Las características de un producto extrudido dependerán del grado de transformación durante el proceso. Aquellos alimentos de estructura rígida, con la matriz del almidón más cristalina y mayor tamaño de poro son productos característicos de un proceso con baja cizalla y alta humedad. Cuando se tiene baja energía mecánica y mayor calor por inyección de vapor o a través de las paredes del barril (transferencia de calor), el daño de almidón es reducido. Los productos suaves y fácilmente hidratables en agua tienden a ser chiclosos, con tamaño de poro pequeño y paredes celulares muy delgadas; los alimentos con estas características son el resultado de un proceso de extrusión con un ambiente de alto cizallamiento (Harper, 1990).

Chang y Johnson (1977) reportaron que el contenido de humedad del material, la temperatura de extrusión, la velocidad del tornillo y el diámetro de abertura del dado fueron factores importantes que afectaron la gelatinización del almidón. El aumento de la temperatura de extrusión (95 a 110°C) incrementa la viscosidad en un intervalo de humedad de 18 a 27%, sin verse afectada a bajas temperaturas de extrusión (60-80 °C); mientras que el incremento de la velocidad de tornillo y el diámetro del dado, disminuyen la gelatinización del almidón. De los procesos desarrollados para la modificación de almidones de acuerdo a la literatura el mejor es de extrusión. Por ello, en el presente trabajo se desea proponer como técnica alternativa al proceso de extrusión y obtener las mejores condiciones de operación durante la modificación química, ya que el principal efecto de la extrusión en el almidón es la ruptura de la estructura granular, así como la destrucción parcial o total de la estructura cristalina. Por lo tanto, se producen cambios en las propiedades funcionales como son el índice de absorción y solubilidad en agua, el índice de expansión y la viscosidad de las soluciones preparadas.

Cuadro 7 Factores que influyen en los cambios químicos durante la extrusión empleando extrusores de tornillo simple.

Primarios	Secundarios
Temperaturas del cañón	Temperatura de la masa
Geometría del dado	Presión
Humedad del alimento	Energía mecánica específica
Composición del alimento	
Tamaño de partícula	
Velocidad de alimentación	
Configuración del tornillo	
Velocidad del tornillo	

Fuente: Riaz, (2000).

En base a lo anteriormente descrito, en el presente trabajo de investigación se utilizó almidón de maíz ceroso o “Waxy” debido al alto contenido de amilopectina (98-99%), el cual nos proporciona almidones hidrolizados con buena estabilidad, alta solubilidad y soluciones con baja viscosidad, debido a la característica ramificada de su principal componente (amilopectina).

II.3 ENCAPSULACIÓN

La encapsulación es un proceso mediante el cual sustancias bioactivas de los alimentos se introducen en una matriz para impedir que se pierdan, para protegerlas de la reacción con otros compuestos o para frenar reacciones de oxidación a causa de la luz o del oxígeno. En terminos generales, la encapsulación constituye un medio de envasar, separar y almacenar materiales para su posterior liberación bajo condiciones controladas. Esta tecnología aporta, en el ámbito alimentario, productos con mejores características sensoriales y nutricionales (Popplewell *et al.*, 1995 y Reineccius 1991). Se utiliza también el término microencapsulación en la industria alimentaria o farmacéutica cuando se encapsulan sustancias de bajo peso molecular o en pequeñas cantidades.

Los procesos de encapsulación empezaron a desarrollarse entre 1930 y 1940 por la National Cash Register (NCR), en Ohio, EEUU, para la aplicación comercial de un tinte a partir de gelatina como agente encapsulante (Fanger, 1974). La utilización de microcápsulas abarca una amplia gama de campos: la eliminación controlada de sabores, colores, aromas, perfumes, drogas, fertilizantes y precursores en impresiones (Popplewell *et al.*, 1995). La aplicación en alimentos es más reciente, debido sobre todo a un abaratamiento de la tecnología, que ha despertado el interés de la industria alimentaria. Este proceso permite, en función de la tecnología aplicada, encapsular nutrientes para que no sean atacados, degradados u oxidados, así como enzimas o células completas, permitiendo que los sustratos y productos entren y salgan de la cápsula. Esta última idea se aplicó en el desarrollo de un hígado artificial con enzimas hepáticas

colocadas en membranas semipermeables para mejorar su función. Las membranas de nylon han sido empleadas para encapsular y atrapar enzimas como la pepsina, la pectin-esterasa, la invertasa para la inversión de sacarosa y la renina para coagulación de leche. Incluso bacterias ácido lácticas como *Lactobacillus lactis* también pueden ser encapsuladas, lo que podría llegar a facilitar la elaboración de productos fermentados de forma continua (Cuadro 8).

Las características que imparten los agentes encapsulantes son de vital importancia para la producción del encapsulado, las características principales son:

- ✦ Impartir bajas viscosidades a altas concentraciones.
- ✦ Ser un formador de película (Hernández *et al.*, 1998).
- ✦ Poseer enlaces moleculares que no permitan rotación (Nakakawa, 1981).
- ✦ Poseer una estructura y conformación tales que permitan la formación de redes que tengan baja porosidad (Soto, 1995).
- ✦ Deben de tener un grado de integridad alto al ser eliminada el agua (Anaya, 1995).

Para la producción de microcápsulas se han propuesto diversos métodos que se dividen en (Ré, 1998):

(1) *Procesos físicos*: secado por aspersión, extrusión y recubrimiento por aspersión.

(2) *Procesos fisicoquímicos*: coacervación simple o compleja y atrapamiento en liposomas.

(3) *Procesos químicos*: polimerización interfacial e inclusión molecular.

La selección del método dependerá del tamaño medio de la partícula requerida y las propiedades fisicoquímicas del agente encapsulante y la sustancia a encapsular, las aplicaciones para el material microencapsulado, el mecanismo

de liberación deseado y el coste. En el caso de sabores y aromas, varios métodos han sido desarrollados para encapsularlos y utilizarlos en la industria de alimentos; el secado por aspersión es el que más se utiliza ((Ré, 1998) y (Jackson y Lee, 1991)). La encapsulación de sabores previene reacciones indeseables con otros componentes del alimento, incluso durante un largo proceso de almacenaje (Soto, 1995).

CUADRO 8. Tipos de coberturas utilizadas en microencapsulación.

Tipo de cobertura	Cobertura específica
Gomas	Goma arábica, agar, alginato de sodio, carragenina.
Carbohidratos	Almidón, dextranos, sacarosa, jarabes de maíz.
Celulosas	Carboximetil-celulosa, metilcelulosa, etilcelulosa, nitrocelulosa, acetilcelulosa.
Lípidos	Ceras, parafinas, tristearina, ácido esteárico, monoglicéridos, diglicéridos, aceites, grasas.
Proteínas	Gluten, caseína, gernetina, albúmina
Materiales inorgánicos	Sulfato de calcio, silicatos

(Ré, 1998)

II.4 SECADO POR ASPERSIÓN

El secado por aspersión es una de las operaciones más importantes en la industria alimentaria, es aplicada en diferentes procesos en donde destaca la encapsulación de sabores y aceites esenciales, por tal motivo es importante el conocimiento de esta aplicación.

II.4.1 DESCRIPCIÓN DEL SECADO POR ASPERSIÓN.

En el proceso de secado por aspersión, el material de alimentación que es un líquido, se atomiza dentro de una gran cámara, en la cual se introduce aire caliente u otro gas, el líquido es rápidamente evaporado, dejando partículas sólidas que deben ser separadas del aire (Geankopolis, 1999).

Este proceso de deshidratación, que se considera también de encapsulación, ya que puede producir partículas que atrapan el material a cubrir. Por definición, corresponde a la transformación de un fluido en un material sólido, atomizándolo en forma de gotas minúsculas en un medio de secado en caliente, la distribución del tamaño de las partículas obtenidas por este método es en general menor a 100 μm , aunque hay que destacar que ello depende de las condiciones del proceso (Casper, 2003).

II.4.2 VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL SECADO POR ASPERSIÓN.

Las ventajas y desventajas representadas son aplicables en su mayoría a los encapsulados por este proceso, por tal motivo es importante indicarlos.

VENTAJAS

- ✦ Puesto que los tiempos de secado son muy cortos, muchos materiales termosensibles pueden ser secados satisfactoriamente, mientras otros tipos de equipos de secado resultarían inadecuado (Moss y Nonhebel, 1979).
- ✦ El material no está en contacto con las paredes del equipo hasta que este seco y además, las paredes se encuentran aproximadamente a la temperatura del aire de salida por lo tanto se reducen los problemas de pegado y corrosión en el equipo.
- ✦ El producto es obtenido como un polvo fluido finamente dividido y en forma fácilmente soluble en un disolvente apropiado (Geankopolis, 1999).

- ✦ El tamaño de partícula de algunos productos es ajustable dentro de ciertos límites, variando las condiciones de atomización.
- ✦ El proceso es adecuado para el secado continuo de cantidades relativamente grandes de material (Mulvaney *et al.*, 2003).
- ✦ En ciertos casos el proceso puede eliminar la necesidad de filtración o molienda, aunque en forma alternativa, estos pueden resultar necesarios.
- ✦ En ciertos casos, donde es conveniente obtener una baja densidad aparente del producto, es ventajoso el secado por spray.
- ✦ Las condiciones de limpieza y semiesterilidad son más fácilmente obtenidas (Fellows, 1994).

DESVENTAJAS

- ✦ El calor requerido por unidad de peso del producto es alto.
- ✦ El contenido de humedad en la alimentación puede ser grande comparado con la mayor parte de los otros tipos de secadores.
- ✦ El rendimiento térmico es bajo debido a las restricciones en la temperatura de entrada del aire y a la temperatura relativamente alta del aire de salida (Geankopolis, 1999).
- ✦ La baja densidad aparente del producto puede ser una desventaja (sin embargo el secado por aspersión no produce necesariamente un producto con baja densidad aparente y no se debe suponer que en todos los casos ocurre así).
- ✦ El costo del equipo es alto con respecto del tonelaje anual de producto secado particularmente en el caso de equipo de pequeña capacidad (Moss y Nonhebel, 1979).
- ✦ La recuperación en los gases de salida de producto que forma polvo puede ser problemática o puede necesitar un equipo auxiliar costoso (Mulvaney *et al.*, 2003).
- ✦ No se puede usar en secado por aspersión con productos tóxicos a menos que se tomen cuidados especiales.

- ✦ Todas las impurezas de la alimentación quedan retenidas en el producto (Fellows, 1994).

II.4.3 ENCAPSULACIÓN POR SECADO POR ASPERSIÓN.

El secado por aspersión es probablemente la técnica del encapsulamiento más antigua y común en la industria de los alimentos para la preparación de aditivos secos y estables, el proceso es económico, flexible y adaptable, fácilmente disponible en cuanto a equipo de proceso y produce partículas de buena calidad.

El proceso consiste de la emulsión o suspensión del material a encapsular en una solución de encapsulante, la atomización y la deshidratación de las partículas atomizadas, la adecuada selección del atomizador y el agente encapsulante, son factores críticos. Una de las grandes ventajas de este proceso, además de su simplicidad, es que es apropiado para materiales sensibles al calor, ya que el tiempo de exposición a temperaturas elevadas es muy corto de 5 a 30 s.

Los encapsulantes o materiales formadores de pared más utilizados para este método han sido, almidón, maltodextrinas, jarabes de maíz, ciclodextrinas, carboximetilcelulosa y sus derivados, así mismo las gomas arábica, mezquite, como los alginato de sodio, caseinatos, suero de leche y materiales inorgánicos sulfato de calcio, silicatos, sulfato ferroso, vitaminas, minerales o cidulantes.

Es importante mencionar que el proceso de secado por aspersión se utiliza como auxiliar para la recuperación de microcápsulas producidas por otros procesos como los de coacervación (Shepherd *et al.*, 2000; Sheu y Rosenberg, 1995; Soto 1995).

Hay nuevos acarreadores, incluyendo coloides y gomas naturales, para la obtención de mezclas que permiten incrementar la retención de compuestos volátiles y la vida de anaquel de las microcápsulas, además han conseguido la retención de aceites esenciales de naranja como la disminución de la oxidación al usar goma arábiga (Shepherd *et al.*, 2000). Para la preparación en seco, los aditivos estables y sabores involucran 2 pasos en el procedimiento:

1. La emulsificación o solución de un material con núcleo tal como un líquido con una densa solución de material de pared tal como una proteína, goma vegetal, maltodextrina o almidón modificado.
2. Atomización y secado de la emulsión o solución.

Para obtener el efecto más grande de estos ingredientes hay que hacer una selección adecuada de los materiales de pared que es de máxima importancia, así que esto “es un buen comienzo” con las propiedades funcionales deseadas en el producto final, tal como la estabilidad contra la oxidación, facilidad de manipulación, solubilidad mejorada, liberación controlada y el incremento de la vida de anaquel.

Los materiales de pared en el secado por aspersión para la encapsulación deben tener una alta solubilidad en agua, poseer una baja viscosidad y alta concentración, ser un emulsificante efectivo y tener la capacidad de formar películas.

La selección de materiales de pared para la encapsulación por secado por aspersión han involucrado ensayos y procedimientos erróneos, en los cuales las cápsulas son formadas y después es evaluada la eficiencia de la encapsulación, la estabilidad bajo diferentes condiciones de almacenamiento, el grado de protección suministrado al núcleo del material observando la superficie a través de un microscopio, entre otras evaluaciones. Estos procedimientos involucran un enorme rango de condiciones que son costosas y consume mucho tiempo.

II.4.4 APLICACIONES DEL SECADO.

La aplicación de las cápsulas desarrolladas por el método de secado por aspersión han tenido un desarrollo, que ha ido desde la manufactura del papel copia sin papel carbón hasta, insecticidas, encapsulación de sabores y aceites esenciales en la industria alimentaria.

Por ejemplo en la industria farmacéutica ha tenido una aplicación amplia basándose en la inalterabilidad de las propiedades del material encapsulado para eliminar incompatibilidades entre materiales, evitando así reacciones entre los componentes del medicamento.

En las aplicaciones más comunes del secado por aspersión por congelamiento, incluye el secado de sopas y los alimentos con altos contenidos de grasa, las microcápsulas producidas por enfriamiento o congelamiento son insolubles en agua debido a su cobertura de lípidos por lo que se encapsulan materiales solubles como enzimas, vitaminas solubles en agua y acidulantes.

Las coberturas empleadas usualmente son aceites vegetales en el caso de aspersión por enfriamiento o aceite vegetal hidrogenado para la aspersión por congelamiento puede encapsular líquidos sensibles al calor y materiales que no son solubles en disolventes convencionales.

Estos procesos han ido incrementándose en la industria de los alimentos debido a la protección de los materiales encapsulados de factores como calor y humedad, permitiendo mantener su estabilidad y viabilidad, la encapsulación puede mejorar el sabor y la estabilidad de medicamentos y ditivos (saborizantes, colorantes, aceites esenciales), además las microcápsulas han sido también barreras contra malos olores y sabores; las microcápsulas ayudan a que los materiales frágiles resisten las condiciones de procesamiento y empaque mejorando sabor, aroma, estabilidad, valor nutritivo y apariencia de sus productos.

En la encapsulación de sabores, se reduce su volatilidad o previene reacciones indeseables con otros componentes del alimento aunque cuando se almacene por un periodo prolongado, se recomienda utilizar materiales solubles en agua como almidones y dextrinas; en el caso de encapsulación de vitaminas, minerales, éstos son liberados después de haberse consumido (Santillán 1990; Moss y Nonhebel, 1979; McNamee y *et al.*, 2001).

OBJEIVOS

III. OBJETIVOS

III.1 OBJETIVO GENERAL

Optimizar el proceso de modificación del almidón de maíz ceroso por extrusión y el uso de mezclas de almidones modificados con mucílago de nopal para la encapsulación de aceite esencial de naranja empleando el secado por aspersión

III.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- i) Determinar las condiciones óptimas para el proceso de modificación química del almidón de maíz ceroso por el método de extrusión.
- ii) Determinar la relación óptima de mucílago para la encapsulación del aceite esencial de naranja.
- iii) Encapsular aceite esencial de naranja con mezclas de almidón de maíz ceroso modificado y mucílago de nopal mediante secado por aspersión.
- iv) Caracterizar el rendimiento de encapsulación de las mezclas de almidón de maíz ceroso modificado y mucílago de nopal, para retener el aceite esencial de naranja.
- v) Analizar las micrografías de las capsulas obtenidas durante la optimización del proceso de modificación del almidón por extrusión y con la adición de mucílago.

MATERIALES

y

MÉTODOS

IV. MATERIALES Y MÉTODOS

IV.1 MATERIALES

Se utilizó almidón de maíz ceroso (Waxy) grado alimenticio (Empresa Arancia CORN PRODUCTS) comprado a CP Ingredientes (México), y donado por el CINVESTAV Querétaro. Todos los reactivos utilizados en el experimento fueron grado reactivo de la marca J.T. Baker. El aceite esencial de naranja se obtuvo gracias a Food Specialities (Celaya Gto, México); y el mucílago de nopal fue obtenido en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH).

IV.2 DISEÑO Y ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Se llevó a cabo un diseño de experimentos central compuesto con puntos estrellas y dos variables (temperatura media de extrusión y concentración de fósforo ([P])), utilizando el Software Statistica versión 6.0 (Statsoft, Inc. 1997). En base a la revisión bibliográfica que se realizó y experimentos previos, se detectó que las variables que influyen o afectan al almidón waxy durante la etapa de hidrólisis, son los anteriormente mencionados, por ello se realizó el diseño con modificaciones en estas variables y se realizó un diseño con 10 experimentos como se muestra en el Cuadro 9.

Los resultados se analizaron estadísticamente con el Software Statistica versión 6.0 (Statsoft, Inc. 1997), empleando el análisis de composición central (superficie de respuesta). Los datos experimentales fueron ajustados con el modelo cuadrático siguiente (Myers, 1971):

$$Y_i = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

Cuadro 9 Diseño experimental central compuesto para el proceso de extrusión.

TRATAMIENTO	[P]	TEMP. MEDIA EXTRUSOR
<i>T1</i>	5.000000	165.0000
<i>T2</i>	3.000000	165.0000
<i>T3</i>	5.000000	135.0000
<i>T4</i>	3.000000	135.0000
<i>T5</i>	2.585786	150.0000
<i>T6</i>	5.414214	150.0000
<i>T7</i>	4.000000	128.7868
<i>T8</i>	4.000000	171.2132
<i>T9 C</i>	4.000000	150.0000
<i>T10 C</i>	4.000000	150.0000

IV.3 MÉTODOS EXPERIMENTALES

IV.3.1 OBTENCIÓN DE LA GOMA DE *OPUNTIA FICUS INDICA*(OFI).

IV.3.1.1 ELABORACIÓN DE HARINA DE NOPAL.

Para la realización de este estudio se utilizaron los cladodios de nopal que fueron proporcionados por el Sr. Arcadio Rodríguez del Municipio de Almoloya de Apan, Hgo. Se seleccionaron pencas de nopal variedad *Ofi* en la etapa de madurez de 6 meses aproximadamente. Una vez seleccionadas las pencas se siguió la metodología descrita en el diagrama de flujo (Figura 6). Los nopales se lavaron con agua destilada y posteriormente se desinfectaron con hipoclorito de sodio (4.5 mg/L) durante 30 min, las espinas fueron previamente removidas. Cada una de las pencas fue rebanada procurando que el espesor fuera de 5 mm. Una vez rebanado, se extendieron los nopales de manera uniforme en charolas de acero inoxidable, a fin de secarlo en una estufa de vacío a una temperatura de 45 °C y 10^{-2} Torr, esto para evitar la degradación térmica de los componentes del mismo. Una vez seco, este se molió usando un molino casero para café (marca Brahun) y se almacenó en bolsas de plástico perfectamente selladas a temperatura ambiente, hasta su posterior uso.

IV.3.1.2 EXTRACCIÓN DE LA GOMA DE *OPUNTIA FICUS INDICA* (OFI).

El nopal en polvo (este fue obtenido de acuerdo al apartado IV.3.1.2) fue macerado con agua durante 4 h, posteriormente es centrifugado (en una centrífuga marca IEC modelo Centra GP8R) en frío (5 °C) a 4500 rpm durante 15 min, y finalmente se decantó para separar la fibra del sobrenadante. Posteriormente, el sobrenadante recolectado se secó en una estufa (marca Thermolyne modelo OVEN SERIES 9000) a 70 °C durante 48 h (la fibra es reutilizada para obtener mas goma de acuerdo al procedimiento anterior). La goma obtenida (24.6 g, 35.14%) se redujo de tamaño con un mortero a un tamaño de malla 60 (TAMIZ DE PRUEBAS FÍSICAS Marca MONTINOX, 150 micrómetros).

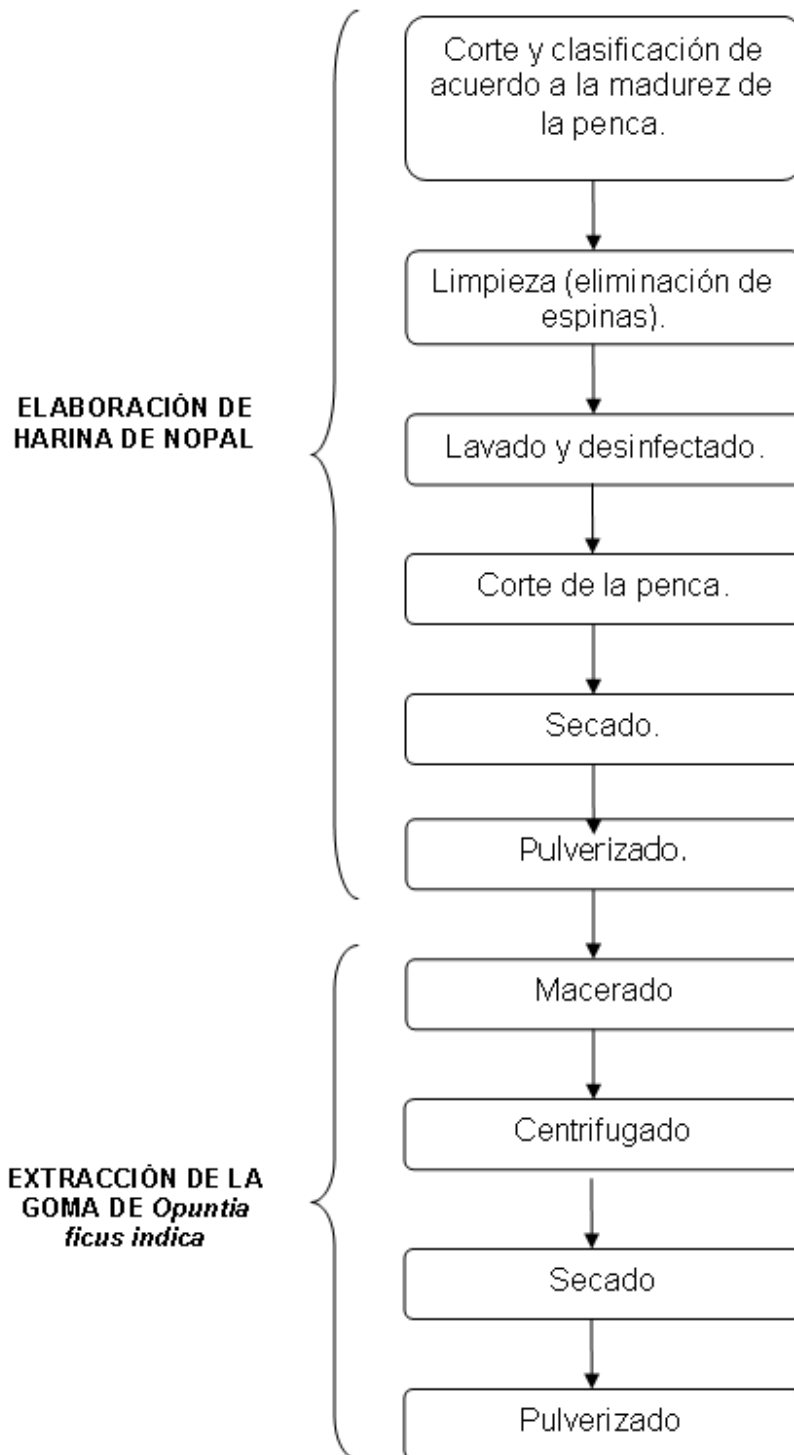
IV.3.2 HIDRÓLISIS DEL ALMIDÓN CEROSO (WAXY)

La hidrólisis ácida del almidón ceroso, se llevó a cabo mediante la metodología descrita por Zambrano (1998) Torres-Martínez (2007). La hidrólisis del almidón fue realizada en baño maría (Marca Precision Reciprocal Shaking Bath) a 60 °C durante 6 h con agitación utilizando un homogenizador (Heidolph Type RZR1). Posteriormente el pH fue ajustado a 4 con NaOH 20 % e inmediatamente después de haber sido neutralizado cada tratamiento fue recuperado el almidón por centrifugación en una Centrifuga (HERMLE Z200 A) a 6000 rpm. durante 10 min, posteriormente se lavó el sedimento con agua destilada 500 mL y se centrifugó nuevamente. El sedimento fue secado en una estufa (Marca Felisa) a 40 °C durante 48h o hasta ver que la muestra esta totalmente seca. Una vez seca la muestra fue cribada en malla 60 para asegurar la homogeneidad de la humedad, contenido de fósforo y pH.

IV.3.3 PROCESO DE EXTRUSIÓN DEL ALMIDÓN HIDROLIZADO.

Para este estudio se utilizó un extrusor prototipo CINVESTAV (Figura 7a), que consta de un cañón de 380 mm de longitud y 19 mm de diámetro (Figura 7b). El cañón tiene tres secciones, con calentamiento eléctrico controlado independientemente y diversos tornillos con grados de compresión diferentes, que van de 1:1, 2:1, 3:1, este último fue el utilizado para el presente estudio. Se usó una matriz (dado) de diámetro circular de salida de 2.4 mm. El sistema de aire comprimido que circula alrededor de un barril para mantener un control más preciso de la temperatura del cañón y del dado. Las muestras se alimentaron mediante una alimentación forzada de maíz redonda con un dado de diámetro circular de salida de 5.0 mm. La velocidad de la tolva de alimentación se ajustó a 60 rpm.

Figura 6 Diagrama de flujo: Proceso de obtención de la goma de *Opuntia ficus indica* (Ofi).



El nivel y la velocidad de alimentación, las condiciones de temperatura del cañón y el contenido de humedad de la materia prima, se establecieron en ensayos preliminares, de acuerdo a las características del producto a ser extrudido. Después de haber sido cribada cada muestra, se verificó la humedad final (15-16%) con una termobalanza (OHAUS MB200 Forham PK NJ), (160 °C/0.01 g/20 s); el valor de pH (4) se verificó con un potenciómetro Denver Instrument Model 250 (pH-ISE-conductivity meter). Las muestras, se guardaron en bolsas de plástico y se almacenaron en refrigeración a 4 ° C durante toda la noche para asegurar una distribución homogénea del agua. El contenido de humedad se verificó antes de extrudir (Matthey y Hanna, 1997). Las muestras se extrudieron de acuerdo a las siguientes condiciones: temperatura inicial (extrusor) 70 °C, temperatura media (extrusor) fue ajustada de acuerdo al diseño experimental como se muestra en el Cuadro 9, temperatura final (extrusor) 180 °C, 15 – 16 % de humedad de las muestras y pH de 4 en la materia prima y 60 rpm en la alimentación. Las muestras se pulverizaron (marca Pulvex modelo Pulvex 100) y se tamizaron con una malla 60 (TAMIZ DE PRUEBAS FÍSICAS Marca MONTINOX, 150 micrómetros) por 10 min.

IV.3.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) DEL ALMIDÓN FOSFATADO Y EXTRUDIDO Y CON MUCÍLAGO.

La microscopia electrónica de barrido provee una mayor perspectiva de la superficie del gránulo de almidón y de su morfología. La microestructura de las microcápsulas fue examinada con un Microscopio Electrónico de Barrido marca Philips, modelo XL30 ESEM con microsonda de análisis químico elemental de EDS. Las muestras (microcápsulas de almidón fosfatado y extrudido y con mucílago) se montaron sobre porta muestras de aluminio de 12 mm de diámetro, tipo PIN, previamente depositadas sobre una cinta conductiva de carbón de doble cara y adhesivo de plata coloidal. Las muestras preparadas se conservaron en un refrigerador hasta su observación en el microscopio.

a)



b)



Figura 7 a) Extrusor (CINVESTAV) y b) Cañón del Extrusor

IV.4 MÉTODOS ANALÍTICOS

IV.4.1 ÍNDICE DE ABSORCIÓN DE AGUA (IAA) E ÍNDICE DE SOLUBILIDAD EN AGUA (ISA) A 30°C Y 75°C

El índice de absorción de agua (IAA), se expresó como la relación entre el peso del residuo después de la centrifugación y el peso seco de la muestra, al cual se le restó el peso del residuo de la evaporación del sobrenadante.

$$IAA = \frac{\text{Peso del residuo de centrifugación}}{\text{Peso de la muestra} - \text{Peso del residuo de evaporación}}$$

La ISA fue determinada de acuerdo a la metodología descrita por Anderson *et al.* (1969) con algunas modificaciones indicadas a continuación. Se pesaron 2.5 g (base seca) de cada muestra, colocándose en un tubo de polipropileno de 50 mL a peso constante, al cual se le adicionaron 30 mL de agua destilada a la misma temperatura que el baño María (30 y 75 °C) y se agitaron vigorosamente. Los tubos se colocaron en el baño con una agitación continua a temperatura constante durante 30 min.

Posteriormente se centrifugaron a 6000 rpm durante 10 min, y el sobrenadante se separó determinándose el peso del residuo sólido. Se evaporó en una estufa a una temperatura de 105 °C durante 2 h y finalmente se pesó el residuo de la evaporación. El índice de solubilidad en agua (ISA) se expresó como la relación entre el residuo de la evaporación y el peso seco de la muestra. Se realizaron dos determinaciones por tratamiento y se calcularon de la siguiente forma:

$$ISA = \frac{\text{Peso del residuo de evaporación}}{\text{Peso seco de la muestra}} \times 100$$

IV.4.2 DETERMINACIÓN DE FOSFORO

La determinación de fósforo total o fósforo combinado en almidón o productos similares requiere la destrucción preliminar del material orgánico y la conversión de fósforo a ortofosfato.

PROCEDIMIENTO

Preparación de reactivos:

- Solución de Acetato de Zinc al 10%: 120 g de acetato de zinc dihidratado se disolvieron en 880 mL de agua destilada. La solución se filtró por gravedad a través de papel whatman No. 12.

- Solución de vanadato de amonio al 0.25%: 2.5 g de metavanadato de amonio se disolvieron en 600 mL de agua destilada hirviendo y la solución se enfrió a 60-70 °C. Posteriormente se adicionó 20 mL de ácido nítrico concentrado (70%, gravedad específica de 1.42). La solución se enfrió a temperatura ambiente y se diluyó a un litro con agua destilada.

- Solución de molibdato de amonio al 5%: 50 g de molibdato de amonio tetrahidratado se disolvieron en 900 mL de agua destilada tibia. La solución se enfrió a temperatura ambiente y se diluyeron a un litro con agua destilada.

- Solución de Ácido Nítrico al 29%: 300 mL de ácido nítrico concentrado (70%) se mezclaron cuidadosamente con 600 mL de agua.

- Solución estándar de fósforo (0.1 mg de fósforo por mililitro): Exactamente 0.439 g de fosfato monobásico de potasio se disolvieron en agua destilada y la solución se diluyó a un litro a temperatura ambiente. Si la pureza del reactivo no es exactamente 100%, se recomienda dividir el peso (0.439 g) entre el factor decimal de la pureza para obtener el peso exacto requerido.

Preparación de muestra:

Una muestra de fosfato de almidón puede contener sales de fosfato solubles que no están combinados. Si se requiere el valor del fosfato combinado la muestra debe ser lavada para eliminar los fosfatos libres. La muestra puede lavarse con una solución de etanol:agua al 65% y después con metanol anhidro.

Curva de calibración

Alícuotas de 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 y 25.0 mL de solución estándar de fósforo (conteniendo 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 y 2.5 mg de fósforo respectivamente), fueron pipeteadas en matraces volumétricos de 100 mL y para la preparación del blanco se agrego 25 mL de agua destilada a otro matraz volumétrico. A cada matraz se agregaron los siguientes reactivos en el orden indicado agitando después de cada adición: 10 mL de ácido nítrico al 29%, 10 mL de vanadato de amonio al 0.25%, y 10 mL de molibdato de amonio al 5%. Todas las soluciones fueron aforadas con agua destilada agitando vigorosamente y se dejaron en reposo durante 10 min antes de su lectura en el espectrofotómetro. Se utilizaron celdas de un centímetro se calibró a cero de absorbancia con la solución blanco y se determino la absorbancia a las soluciones estándar a 460 nm. Se hizo una curva de calibración graficando los valores de absorbancia vs contenido de fósforo (mg/100 mL).

Análisis de la Muestra:

Una muestra representativa (no más de 20 g, molida y pasada por malla 40) que no contenía más de 40 mg de fósforo, fue pesada exactamente en un crisol grande. Se agregaron 10 mL de acetato de zinc al 10 %, se distribuyeron uniformemente en toda la muestra. La muestra se evaporó hasta sequedad en un baño maría para evitar derramamiento, y se colocó directamente en el fuego. Posteriormente se colocó en una mufla y se llevó a ignición a 550°C durante 2 h. Es importante carbonizar antes de introducir en la mufla ya que se produce mucho

humo en este paso. El crisol se enfrió hasta temperatura ambiente y el residuo de ignición se humedeció adicionando cuidadosamente 3 mL de ácido nítrico al 29%. La muestra se evaporó hasta sequedad en baño de vapor. El crisol se introdujo nuevamente en la mufla a 550 °C por 30 min.

Después de alcanzar la temperatura ambiente, las paredes del crisol se lavaron con 10 mL de ácido nítrico al 29% y se adicionaron 15 mL de agua. El crisol fue cubierto con un vidrio de reloj, la solución residual se calentó en baño maría hasta comenzar a hervir y se mantuvo a esa temperatura durante 10 min. Después de haber sido enfriado a temperatura ambiente, la solución se filtró cuantitativamente en papel Whatman No. 1 en un matraz volumétrico de 100 mL. La transferencia del residuo se complementó adicionando 10 mL de agua al crisol (en repetidas veces) y se filtró. La solución en el matraz fue aforada y mezclada vigorosamente. Una alícuota fue seleccionada (que se espera que no contenga más de 2.5 mg de fósforo) se pipeteo en un matraz volumétrico de 100 mL. En otro matraz volumétrico se preparo un blanco con 25 mL de agua destilada.

Los siguientes reactivos fueron adicionados en el orden indicado a ambos matraces mezclando después de cada adición: 20 mL de ácido nítrico al 29%, 20 mL de vanadato de amonio al 0.25%, y 10 mL de solución de molibdato de amonio al 5%. Ambas soluciones se diluyeron hasta aforar con agua y se mezclaron vigorosamente, dejando reposar durante 20 min hasta su lectura en el espectrofotómetro. Se usó el blanco con los reactivos en una celda de 1 cm. como referencia cero absorbancia, se determinó la absorbancia de la solución de la muestra a 460 nm. La concentración de fósforo (mg/100mL) de la solución de la muestra se obtuvo de la ecuación de la curva de calibración. El nivel de fosfatación y el grado de sustitución del almidón se calculó como sigue:

$$\% \text{ fósforo} = \frac{\text{P X Volumen de dilución X 100}}{\text{Volumen de la alícuota X peso en g de la muestra X 100}}$$

$$\text{Grado de sustitución (GS)} = \frac{162 \text{ X \% fósforo}}{3100 - (124 \text{ X \% fósforo})}$$

Volumen de la dilución = 100 si no se altera este volumen al diluir la muestra filtrada.

P = contenido de fósforo (mg/100 mL) obtenido de curva de calibración.

IV.4.3 MICROENCAPSULACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE NARANJA.

Se preparó una emulsión [almidón modificado (Waxy) fosfatado/aceite esencial de naranja/agua destilada] utilizando 30% (w/w) de almidón modificado propuesto como óptimo en la etapa de hidrólisis (5% HCl, 60 °C de temperatura, un tiempo de 6 h y neutralizado con NaOH 20%) y aceite esencial de naranja al 7.5 % (w/w). Se agregó a la emulsión el 62.5 % restante de agua destilada.

Se tomó el almidón fosfatado (de acuerdo al diseño de experimentos que se muestra en el Cuatro 9) previamente pesado (30 g) y se adicionó agua destilada (62.5 mL), se homogenizó en un Homogenizador dispersor (ULTRA TURRAX® Modelo IKA® T18 basic) a 22,000 rpm por 3 min, posteriormente se agregó el aceite esencial de naranja y se homogenizó a 22,000 rpm por 5 min. Antes del secado se determinó la viscosidad en un Viscosímetro (Brookfield Modelo DV-1+) y se tomó la lectura hasta que este fuera constante.

Posteriormente se secó utilizando un equipo Spray Dryer (Marca LabPlant modelo SD-Basic), a las siguientes condiciones: aspirador 100%, flujo de aire 600, bomba al 20% y temperatura de aire de entrada de 180 °C. Todos los tratamientos fueron preparados en las mismas condiciones.

IV.4.4 DETERMINACIÓN DEL ACEITE SUPERFICIAL (AS), ACEITE TOTAL (AT) Y RENDIMIENTO DE MICROENCAPSULACIÓN (RME) CON MEZCLAS DE ALMIDÓN CEROSO FOSFATADO POR EXTRUSIÓN Y MUCÍLAGO DE NOPAL.

Para determinar el aceite superficial de las microcápsulas, se procedió a pesar 2.5 g de las microcápsulas obtenidas, y se colocaron en un equipo Soxhlet, para la extracción del aceite esencial con hexano (150 mL) durante un tiempo de 4 h. El hexano que es un solvente no polar se enlaza con el aceite sin disolver el almidón, que es material polar, por eso es soluble en el agua una vez modificado.

Para obtener el aceite total se utilizó el método de hidrodestilación Clevenger de acuerdo a Beristain y Vernon-Carter (1994), durante 4 h y se determinó gravimétricamente. Obteniendo el porcentaje del aceite esencial de naranja en la superficie de las cápsulas (AS) y el rendimiento de microencapsulación (RME) con las siguientes fórmulas:

$$AS = \frac{\text{Aceite superficial obtenido}}{\text{g de muestra}} \times 100$$

$$RME = \frac{\text{Aceite total} - \text{Aceite superficial}}{\text{Aceite total}} \times 100$$

Ambas determinaciones se llevaron a cabo en todas las microcápsulas preparadas (con mezclas de almidón ceroso fosfatado por extrusión y mucílago de nopal), comparándose sus rendimientos para evaluar la viabilidad de usar los almidones modificados en este trabajo para encapsular compuestos volátiles.

RESULTADOS
y
DISCUSIONES

V. RESULTADOS Y DISCUSIONES

V.1 ÍNDICE DE SOLUBILIDAD EN AGUA (ISA) A 30 y 75 °C.

En el cuadro 10 y el Cuadro 20 (anexo VIII.1) se muestra el ANOVA de los resultados del índice de solubilidad de agua (ISA) a 30 y 75 °C respectivamente. En el cuadro 10 se observa que el efecto cuadrático de la concentración de fósforo, el efecto lineal y cuadrático de la temperatura de extrusión y la interacción de temperatura de extrusión/concentración de fósforo del modelo cuadrático propuesto en la sección de materiales y métodos presentan un efecto significativo sobre esta variable respuesta a valores de $p < 0.025$. Estos resultados indican que la temperatura de extrusión y la concentración de fósforo afectan directamente al índice de solubilidad en agua, pero este efecto alcanza una región de meseta (Figura 8) en la cual un incremento posterior en ambos factores produce una disminución de los valores del ISA, tal vez debido a la formación de enlaces cruzados entre los segmentos de las moléculas de amilopectina hidrolizados por el ácido clorhídrico durante la etapa de hidrólisis ácida.

Es bien sabido que el proceso de extrusión afecta las características fisicoquímicas y funcionales del almidón, Lee *et al.* (1999) y Owusu-Ansah *et al.* (1983), mostraron que la temperatura de extrusión afecta el índice de solubilidad (ISA), ya que a mayor temperatura el ISA se incrementa, esto se debe a una ruptura de los enlaces glucosídicos que se produce en la estructura cuando el almidón es sometido al proceso de extrusión. Parte de los resultados obtenidos del ISA en este experimento están de acuerdo a lo reportado por estos investigadores, sin embargo, la principal diferencia encontrada con los trabajos reportados por ellos y el presente estiban en el hecho de que ellos sólo trabajaron con la temperatura de extrusión, mientras que en este experimento se incluyó también la concentración de fósforo utilizado como agente modificador del almidón, lo cual explica, como se comento anteriormente a través de la formación de enlaces cruzados entre las fracciones hidrolizadas del almidón.

Cuadro 10. ANOVA; modelo cuadrático para el índice de solubilidad de agua a 30°C.

	Suma de cuadrados	GL	Cuadrados medios	F	p
[P] (L)	6,148	1	6,148	1,0889	0,314405
[P] ² (Q)	56,672	1	56,672	10,0373	0,006840
Temp. °C (L)	2249,410	1	2249,410	398,3945	0,000000
Temp. ² °C (Q)	292,218	1	292,218	51,7550	0,000005
[P] L & Temp. L	35,532	1	35,532	6,2932	0,025046
Error	79,047	14	5,646		
Total SS	2662,405	19			

GL= Grados de libertad, [P]= Concentración de fósforo, Temp.= Temperatura en el extrusor (°C), p = Nivel de significancia

En la figura 8 se muestra el gráfico de superficie de respuesta del ISA a 30°C, obtenido en función de la concentración de fósforo y la temperatura de extrusión. En esta gráfica se observa que a bajos valores de concentración de fósforo y de temperatura de extrusión se obtienen valores bajos del ISA, si mantenemos constante la temperatura de extrusión y nos movemos sólo en el eje de la concentración de fósforo alcanzamos el máximo valor para el ISA a una concentración del 3.67%, después de esta concentración un aumento posterior en la concentración de fósforo provoca una reducción de los valores del ISA, de igual manera se observa el mismo comportamiento si mantenemos constante la concentración de fósforo y nos movemos en eje de la temperatura de extrusión ($T = 167\text{ }^{\circ}\text{C}$), dichos puntos representan el máximo valor obtenido para el ISA (85 %).

En el proceso de extrusión se alcanzan altos índices de absorción de agua y de solubilidad en el agua a los niveles más bajos de humedad, hecho que se atribuye a la modificación del almidón, debido a la intensa ruptura ocasionada por efecto de los altos esfuerzos de cizalla que se aplican durante este proceso a bajos niveles de humedad. De igual manera, la etapa de hidrólisis previa a la cual fue sometido el almidón, produjo gran cantidad de dextrinas que son productos más solubles en agua que los gránulos del almidón ceroso (Harper, 1992). Los valores para el índice de absorción de agua (Anexo VIII.2 y VIII.3) son mayores comparándolos con los valores obtenidos en el ISA, y se puede corroborar con lo que reportan San Martín y col. (2004), que cuando se obtienen valores altos de ISA, el IAA es bajo, debido a que después del proceso de extrusión se obtienen carbohidratos simples y dextrinas, lo cual aumenta la solubilidad en agua y reduce la capacidad de absorber agua.

El ISA depende de la disponibilidad de los grupos hidrofílicos que se unen a las moléculas de agua. El ISA se incrementa bajo condiciones severas de procesamiento: temperaturas de barril mayores a 150°C y contenidos de humedad por debajo de 27 g/100 g.

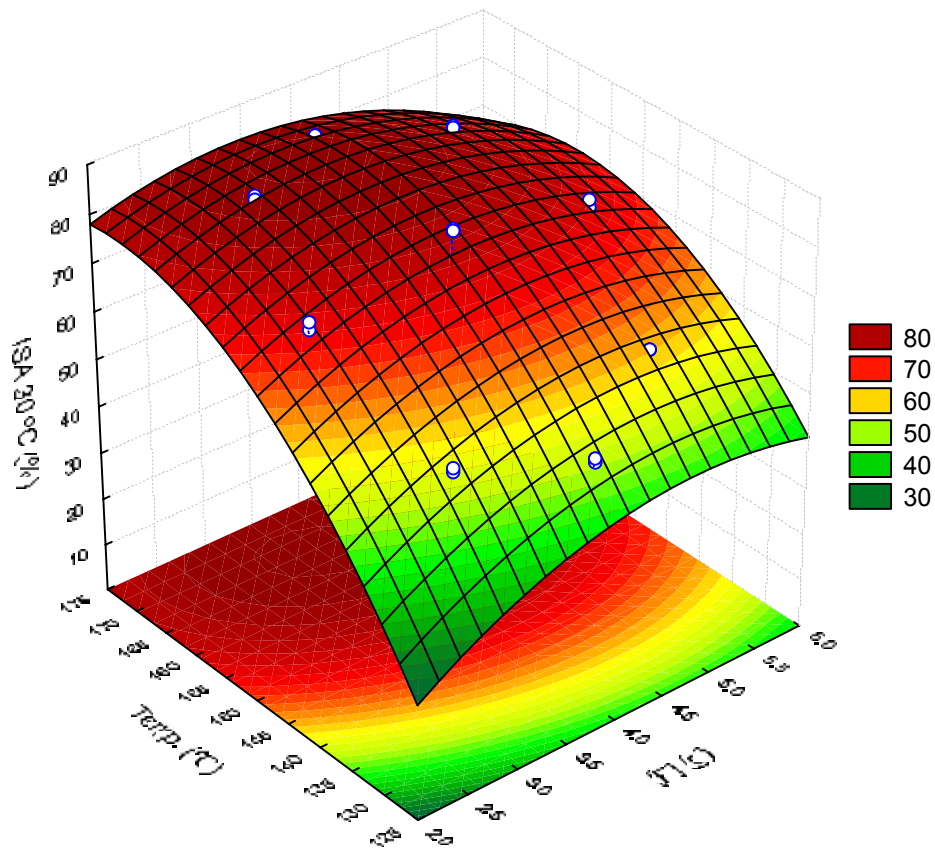


Figura 8 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Solubilidad de Agua a 30°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión

Un incremento simultáneo en la temperatura del barril y la velocidad del tornillo, incrementa el ISA de los extrudidos. Este resultado puede estar relacionado al grado de dextrinización del almidón (Larrea y col., 2005). Marusza y Tomasik (1991), reportaron que cuando el almidón tiene un alto grado de sustitución, debido a la utilización de la sal TPS durante el proceso de modificación química del almidón, nos llevará a un descenso en la viscosidad, debido posiblemente a una cantidad mayor de enlaces con los grupos fosfato que impedirán la formación de dobles hélices de las moléculas que componen al almidón. El ISA es un parámetro que refleja la degradación sufrida por los componentes del almidón durante el proceso de modificación química del almidón. El aumento del ISA encontrado en los productos extrudidos puede ser atribuido a la presencia de compuestos que tienen un bajo peso molecular, principalmente cuando las condiciones de procesamiento son más severas. Después del proceso de extrusión los valores de ISA se incrementan (Larrea *et al.*, 2005). En el Cuadro 11 se presentan los coeficientes de regresión del modelo cuadrático propuesto por Myers (1971), en esta tabla se observa que todos los coeficientes del modelo de regresión, excluyendo el correspondiente a la concentración de fósforo en su forma lineal, presentan un efecto significativo.

La cantidad máxima de fósforo que debe haber en la muestra final (almidón fosfatado) debe ser del 0.4% (Code of Federal Regulations, 1991). Para lograr esto se utilizan en el método convencional (suspensión del almidón) 12.4 g de TPS por cada 100 g de almidón, mientras que en el método de extrusión se utiliza una menor cantidad para obtener el mismo contenido de fósforo final. En extrusión se utilizaron 4 g TPS/100 g de almidón, obteniendo un grado de sustitución (GS) para la condición óptima en el proceso de modificación química del almidón de maíz ceroso de 0.0386, este resultado se encuentra por debajo de los niveles ya establecidos en la literatura (GS= 0.124), por lo tanto permite concluir que usar una mayor cantidad de fosfato en el método de extrusión puede no ser viable, ya que si se logra un grado de fosfatación mayor, los almidones obtenidos no podrán usarse en alimentos (Anexo VIII.4, VIII.5 y VIII.6).

V.2 RENDIMIENTO DE ENCAPSULACIÓN

El análisis estadístico de los resultados experimentales analizados a través del modelo matemático, son presentados en el Cuadro 12, donde se observa que las variables y sus efectos tanto lineales como cuadráticos no presentan un efecto significativo en los valores de probabilidad por lo que se concluye que las variables y sus interacciones no influyen significativamente en el comportamiento del rendimiento de encapsulación. Aunque el factor del modelo Temp.² °C (Q) es el que presenta mayor varianza. El rendimiento de producción refleja el porcentaje de microesferas obtenidas con respecto a la cantidad total de material (principio activo + polímero) empleado (Anaya *et al.*, 1995; Hernández *et al.*, 1998; Nakakawa, 1981). La liberación del principio activo está gobernada por una serie de factores que son dependientes del polímero, del principio activo y de la propia esfera. Entre los primeros se puede citar el tipo de polímero (insoluble, solubilidad y pH), su peso molecular y estado cristalino. Entre los parámetros relacionados con el principio activo, se destaca la solubilidad del mismo y su peso molecular. Por último, factores dependientes de la propia esfera son, por ejemplo, el tipo de estructura interna y el contenido teórico de principio activo con respecto al polímero.

La temperatura de entrada y salida de aire debe ser controlada como punto crítico en el proceso (secado por aspersión), en cuanto mayor caudal de aire caliente, habrá mayor capacidad de evaporación, es decir que es necesario limitar o controlar la medida del caudal en función al producto que se desee obtener, también es importante la evaporación previa que es una etapa opcional, ya que en algunos casos se realiza si se quiere aumentar el rendimiento que pudiese ser ventajoso en ciertos casos. El modelo matemático expresado en una gráfica de superficie de respuesta para el rendimiento de encapsulación presentada en la Figura 9, permite visualizar que el valor más alto del rendimiento fue encontrado con 25%, también se observa que la temperatura de extrusión cuadrática tiene influencia en el rendimiento de encapsulación.

Cuadro 11. Coeficientes de regresión del modelo cuadrático completo para ISA a 30°C.

	Regresión	Error estándar	P	-95 %	+95 %
Intercepto	78,1050	1,188085	0,000000	75,5568	80,65319
[P] (L)	1,2398	1,188085	0,314405	-1,3084	3,78795
[P]² (Q)	-4,9794	1,571688	0,006840	-8,3503	-1,60844
Temp.°C (L)	23,7140	1,188085	0,000000	21,1658	26,26216
Temp.² °C (Q)	-11,3069	1,571690	0,000005	-14,6778	-7,93594
[P] L & Temp. L	-4,2150	1,680206	0,025046	-7,8187	-0,61132

Cuadro 12. ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el rendimiento de encapsulación.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	0,3154	1	0,3154	0,05420	0,819280
[P] ² (Q)	18,2073	1	18,2073	3,12897	0,098684
Temp. °C (L)	0,0171	1	0,0171	0,00294	0,957511
Temp. ² °C (Q)	182,4569	1	182,4569	31,35573	0,000066
[P] L & Temp. L	24,7477	1	24,7477	4,25296	0,058250
Error	81,4651	14	5,8189		
Total SS	291,8398	19			

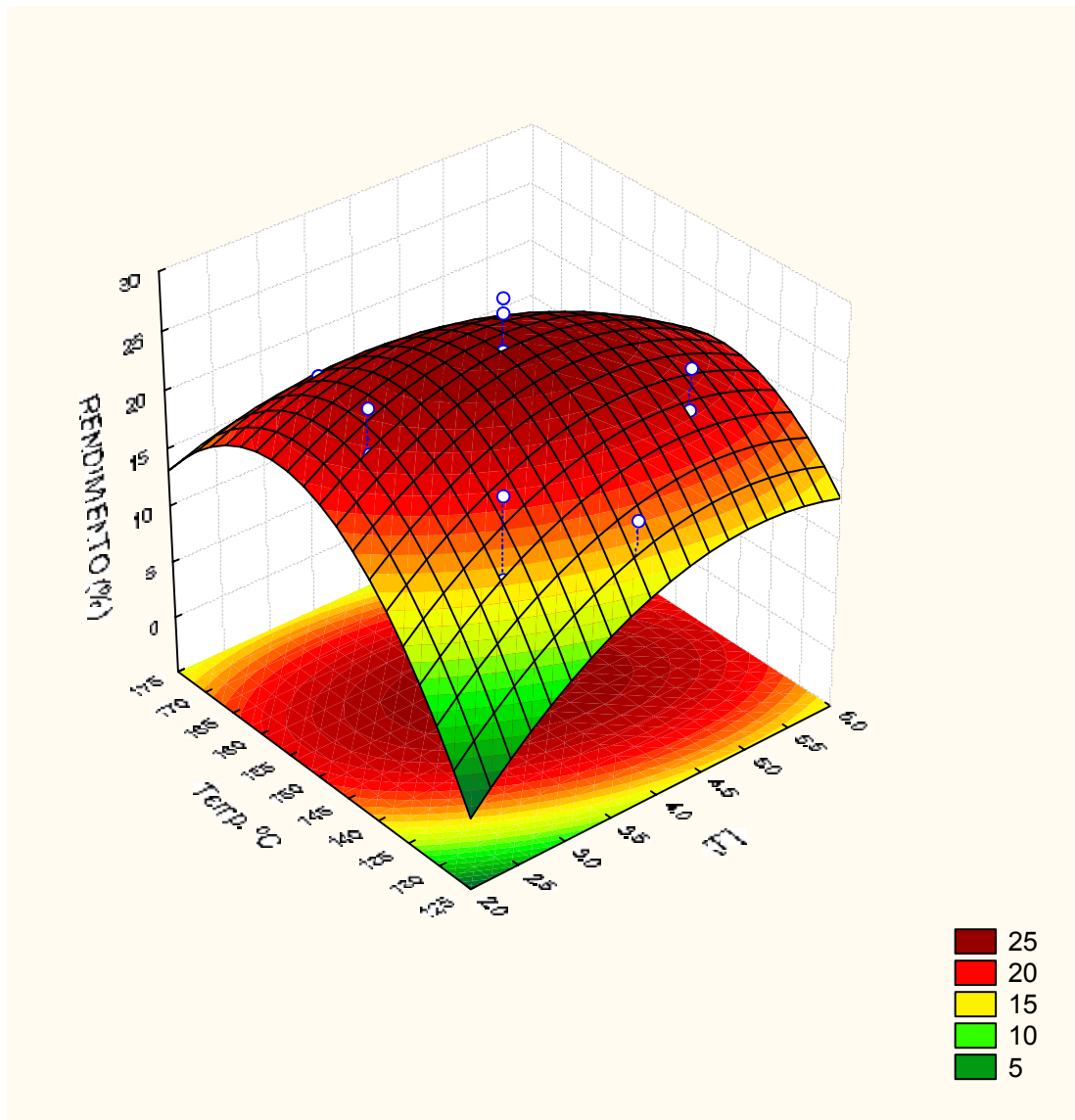


Figura 9. Gráfica de superficie de respuesta para el Rendimiento de encapsulación, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.

En la Cuadro 13 se presentan los coeficientes de regresión del modelo cuadrático propuesto por Myers (1971), en esta tabla se observa que el coeficiente de regresión de la temperatura de extrusión cuadrático, presenta un efecto significativo.

V.3 EFICIENCIA DE ENCAPSULAMIENTO

Los resultados presentados en el Cuadro 14 para la eficiencia de encapsulación, ajustados a un modelo matemático y analizados por el ANOVA indican que las variables y sus interacciones no presentan un efecto significativo por lo tanto no influyen significativamente en el comportamiento de la eficiencia de encapsulación.

El modelo matemático expresado en un gráfico de superficie de respuesta para la eficiencia de encapsulación se presenta en la Figura 10, el cual permite visualizar que la máxima eficiencia encontrada fue del 86 % y corresponde a una [P] de 4 y una temperatura de extrusión de 150 °C. En la Cuadro 15 se presentan los coeficientes de regresión del modelo cuadrático propuesto por Myers (1971), el cual describe el comportamiento observado en la Figura 10, en esta tabla se observa que el coeficiente de regresión tanto de las variables y sus interacciones no presentan un efecto significativo.

La eficiencia presentada en una mezcla de almidones y goma de mezquite preparada en una relación 1:4, fue del 83.6% para la retención de aceite esencial de naranja, adicionalmente, esta mezcla mostró una buena estabilidad durante el almacenamiento, lo cual trajo como consecuencia de manera importante, que fuera utilizada como el segundo agente encapsulante de aceites con mayor aceptabilidad. Dicho experimento fue desarrollado utilizando un equipo de secado por aspersion empleando las siguientes condiciones: temperatura del aire de entrada de 200+/- 15°C y 110+/- 5°C a la salida (Beristain, 2001; Soto, 1995).

Cuadro 13. Coeficientes de regresión del modelo cuadrático completo para el rendimiento de encapsulamiento.

	Regresión	Error Estándar	t(14)	P	-95.%	+95.%
Intercepto	25,48214	1,206123	21,12731	0,000000	22,8953	28,06902
[P] (L)	0,28079	1,206123	0,23281	0,819280	-2,3061	2,86767
[P]² (Q)	-2,82235	1,595550	-1,76889	0,098684	-6,2445	0,59976
Temp °C (L)	0,06542	1,206123	0,05424	0,957511	-2,5215	2,65230
Temp² °C (Q)	-8,93448	1,595551	-5,59962	0,000066	-12,3566	-5,51236
[P] & Temp	-3,51765	1,705716	-2,06227	0,058250	-7,1760	0,14075

Cuadro 14. ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para la eficiencia de encapsulamiento.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	56,4513	1	56,45131	4,130600	0,061536
[P] ² (Q)	0,0002	1	0,00023	0,000017	0,996792
Temp °C (L)	4,3626	1	4,36258	0,319214	0,581022
Temp ² °C (Q)	46,7250	1	46,72499	3,418915	0,085679
[P] & Temp °C	8,3499	1	8,34993	0,610973	0,447440
Error	191,3326	14	13,66661		
Total SS	317,6262	19			

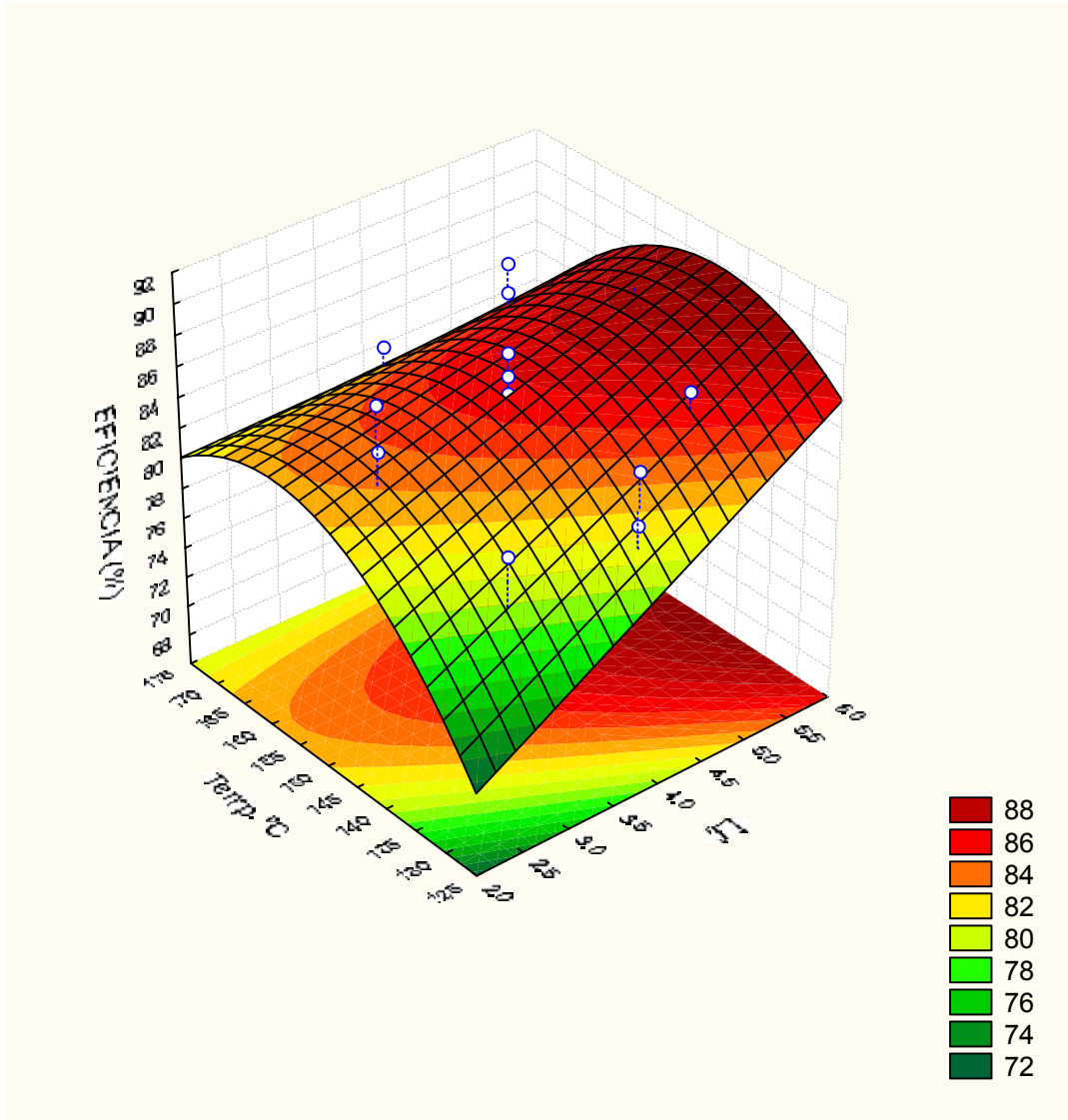


Figura 10. Gráfica de superficie de respuesta para la Eficiencia de encapsulamiento [en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión].

Cuadro 15. Coeficientes de regresión del modelo cuadrático completo para la eficiencia de encapsulamiento.

	Regresión	Error Estándar	t(14)	P	-95%	+95%
Intercepto	85,84188	1,848419	46,44071	0,000000	81,8774 2	89,8063 5
[P] (L)	3,75670	1,848419	2,03239	0,061536	-0,20776	7,72117
[P]² (Q)	-0,01001	2,445227	-0,00409	0,996792	-5,25450	5,23448
Temp °C (L)	1,04434	1,848419	0,56499	0,581022	-2,92013	5,00880
Temp² °C (Q)	-4,52130	2,445229	-1,84903	0,085679	-9,76580	0,72319
[P] & Temp	-2,04327	2,614059	-0,78165	0,447440	-7,64987	3,56333

La goma de mezquite es un hidrocoloide muy similar a la goma arábica, las propiedades útiles de ambos hidrocoloides están ligadas a su interacción con las moléculas de agua y el comportamiento que exhiben al ionizarse en solución originando una suspensión macromolecular. Es relevante mencionar que esta goma tiene la alternativa de mezclarse para la encapsulación de aceite esencial en el proceso de secado por aspersión, lo cual le confiere las buenas propiedades encapsulantes que presenta.

V.4 EFECTO DEL MUCILAGO DE NOPAL SOBRE EL RENDIMIENTO DE ENCAPSULACIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE NARANJA.

El rendimiento de encapsulación obtenido con mezclas de almidón modificado por extrusión con diferentes concentraciones de mucílago fue analizado por ANOVA, obteniéndose los resultados que se presentan en el Cuadro 16, los cuales muestran que el porcentaje de mucílago de nopal usado durante el proceso de encapsulación tiene un efecto estadísticamente significativo ($p=0,001483$) sobre los valores del rendimiento de encapsulación del aceite esencial de naranja. El modelo se ajusta adecuadamente a los resultados experimentales, una vez que el Coeficiente de correlación ($R^2=0,954649$) obtenido fue alto. En el Cuadro 17 se muestra el análisis de comparación de medias del proceso de encapsulación del aceite esencial de naranja con mezclas de almidón modificado y mucílago de nopal a diferentes niveles de sustitución, se observa que el nivel de 0 % de sustitución de mucílago presentó el valor más bajo de rendimiento de encapsulación del aceite esencial, el cual fue estadísticamente diferente a $P<0.05$ de significancia de los otros niveles de sustitución evaluados, un 5 % de sustitución de mucílago de nopal incremento este valor en un 5.1% presentando una diferencia estadísticamente significativa ($P<0.05$) de los otros niveles de sustitución, mientras que los niveles de sustitución del 10, 15 y 20% no presentaron diferencias estadísticas significativas entre sí, a pesar de que se observó un incremento en los porcentajes de rendimiento de encapsulación del aceite esencial de naranja.

Cuadro 16. ANOVA de una sola vía de la concentración de mucílago sobre el rendimiento de encapsulación de aceite esencial de naranja.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
Intercepto	10954,44	1	10954,44	4447,276	0,000000
% Mucílago	259,25	4	64,81	26,313	0,001483
Error	12,32	5	2,46		

Cuadro 17. Comparación de medias del rendimiento de encapsulación del aceite esencial de naranja con mezclas de almidón modificado y mucílago de nopal.

	Medio	Desviación Estándar.
0 % Mucílago	24,77 ^a	0,000000
5 % Mucílago	29,86 ^b	2,504970
10 % Mucílago	35,33 ^c	0,003119
15 % Mucílago	36,94 ^c	2,442546
20% Mucílago	38,58 ^c	0,273821

* Los valores en la misma columna con letra diferente son diferentes estadísticamente a $P < 0.05$ de significancia.

En el Cuadro 18 se presentan los resultados de la cantidad inicial de aceite esencial de naranja usado para la preparación de la emulsión (CIA), el porcentaje de aceite esencial de naranja en la superficie de las cápsulas (AS) y el porcentaje de rendimiento de la microencapsulación (RME) de los niveles del 0, 20% de sustitución del mucílago de nopal y de un almidón comercial utilizado para la encapsulación de aceites esenciales (N-Lok), en estos resultados podemos ver que el almidón modificado por extrusión en las condiciones optimas encontradas en este trabajo, es el que presenta los valores más bajos de RME, mientras que el nivel de sustitución del 20% de mucílago de nopal incremento en un 15% el valor del RME, sin embargo este nivel de sustitución no fue suficiente para igualar las características del almidón comercial (N-LOK), esto va de acuerdo con lo reportado por Chang y Lii (1992), ya que el almidón N-LOK fue producido a nivel industrial para tal fin. Es decir la mezcla de almidón modificado y mucílago de nopal presenta mejores propiedades encapsulantes que el almidón modificado, la explicación para tal resultado puede ser debida a que el mucílago de nopal refuerza la red tridimensional y mejora las características encapsulantes del almidón, sin embargo; aun queda mucho por hacer, para obtener un resultado como el del almidón comercial (N-LOK) en cuanto al rendimiento de encapsulación.

El rendimiento de encapsulación del almidón modificado en mezclas con mucílago indica que el rendimiento de encapsulación disminuye cuando se disminuye la concentración de mucílago (% de mucílago). Este resultado puede ser debido a dos circunstancias diferentes: primero que el mucílago resulte un muy buen vehículo para poder formar una película, la cual nos permite tener una estructura más resistente, lo cual protege al compuesto activo (aceite esencial de naranja) con mayor eficacia o en su defecto como se menciono anteriormente refuerce la pared formada por el almidón modificado. Estos resultados muestran una tendencia similar a lo encontrado con las demás pruebas. El uso de las cactáceas, como fuente de gomas, es muy reducido, comercialmente sólo se conoce el uso de la goma de cholla, la cual se extrae

Cuadro 18. Rendimiento y eficiencia de encapsulación de almidones cerosos modificados por diferentes procesos.

Acarreador producido por:	CIA (g/100 g)	AS (g/100 g)	RME (g/100 g)
0% Mucilago	15	3.96	24.44
20 % Mucilago	15	4.78	38.38
Almidón comercial N-LOK	15	2.40	49.27

Nota: La diferencia de los dos primeros acarreadores es la adición del mucílago, ya que en los dos se utiliza un almidón hidrolizado y fosfatado por el método de extrusión utilizando las condiciones optimas encontradas en este trabajo; (CIA) Cantidad inicial del aceite esencial de naranja; (AS) Aceite superficial; (RME) Rendimiento de la microencapsulación.

de la planta “*Opuntia fulgida*” y es usada como adhesivo (Saag *et al.*, 1975). Además, esta goma es utilizada como espesante y estabilizador. Sin embargo, las posibilidades de utilización de la goma de *Opuntia ficus indica* son prometedoras dada la similitud que presenta en su estructura química con algunas gomas comerciales (las pectinas y alginatos, por ejemplo). El agente encapsulante (goma *Opuntia ficus indica*) representa el vehículo donde se depositara el compuesto activo, las gomas naturales y los almidones modificados son los más utilizados en los procesos de extrusión y de secado por aspersión, estos componentes deben de contar con características específicas de formación de película o pared la cual proporcionara la encapsulación uniforme, la aportación de características físicas como la viscosidad, solubilidad y la propia estabilidad en el producto así como la formación de la emulsión o solución según sea el caso.

V.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIO (MEB).

La técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB) permite detectar la posible agregación de las partículas, así como determinar el tamaño de las mismas. La observación por microscopía electrónica de barrido de los cortes transversales de las micropartículas permite caracterizar la estructura interna de las mismas. El tamaño y la distribución de tamaños en los encapsulados, se determinan empleando técnicas microscópicas de tamización, sedimentación, técnicas de difracción de rayos láser.

De los análisis de microscopia electrónica de barrido (Figura 12), se observa que las cápsulas obtenidas después del secado por aspersión muestran una morfología esférica característica, el tamaño de la cápsula se encuentra en un rango de 20 μm de diámetro, la cápsula es definida por el control de las variables de proceso (en el secado por aspersión las boquillas determinaran el tamaño de la partícula). Las condiciones bajo las cuales se observaron las muestras fueron: 1000X, 15KV, 0.9 torr, en condiciones ambientales, se tomaron 2 micrografías por muestra en distintas zonas.

El contenido de la cápsula presenta un intervalo del 40 al 60 % del material nuclear por peso, en el caso del grosor de la cápsula se encuentra en relación con el tamaño de la partícula, su contenido y las densidades relativas, son difíciles de reportarse de manera cuantitativa, determinar el contenido de la cápsula es complicado aunque todas las partículas nucleares tienen una forma esférica y la pared de la cápsula es depositada uniformemente, la forma de la partícula puede variar ampliamente de tal manera que se tendrán que definir las variables de operación ya que estas influyen de manera directa al tamaño de encapsulado. Las cápsulas son frágiles y están sujetas a rupturas por fuerza moderada o vigorosa (Figura 11).

Los resultados sugieren que en presencia del mucílago de nopal (Figura 12) en la emulsión durante el proceso de encapsulación se observaron efectos significativos. Este argumento coincide con el resultado obtenido en el rendimiento de encapsulación en el cual se observó evidencia de cambios en su respuesta con la adición del mucílago de nopal en la emulsión; proporcionando mayor estabilidad, una mayor solubilidad en agua, existe menos pérdida del material encapsulado (aceite esencial de naranja) y se forma una película o pared de la cápsula más uniforme resguardando con mayor eficiencia el aceite esencial de naranja (Figura 12).

También se observa la coalescencia de gránulos mediante la formación de cuellos como si estuvieran a punto de fundirse. Entonces, necesariamente, este fenómeno se atribuye al mucílago adicionado, el cual recubre las esferas formando complejos superficiales, los cambios empiezan a ser notables al incrementar la concentración de mucílago, las esferas siguen adhiriéndose cada vez más, puesto que se observan las cápsulas más grandes y estas comienzan a mostrar un mayor grado de deformación.

El material que fungirá como pared es frecuentemente determinado por los requerimientos del compuesto activo (aceite esencial de naranja), debido a que de este dependerá el tipo de encapsulante, como ya se ha observado, las gomas naturales (goma de nopal “mucílago”) y los almidones modificados (almidón ceroso “waxy”) presentan características como el pH y aceptación de agua diferentes.

Los agentes encapsulantes no pueden hasta ahora proporcionar una barrera perfecta para los materiales que son encapsulados, ya que el calor, humedad y presencia de oxígeno han podido inestabilizar de manera independiente o en su conjunto a cada agente encapsulante, sin embargo es posible retardar la velocidad de degradación, esto hace que las condiciones de almacenamiento de productos encapsulados sean vigilados de manera rigurosa, lo cual permitirá obtener productos con una mejor vida de anaquel (Nakakawa, 1981; Chattopadhyaya *et al.*, 1998; Santillan, 1990).

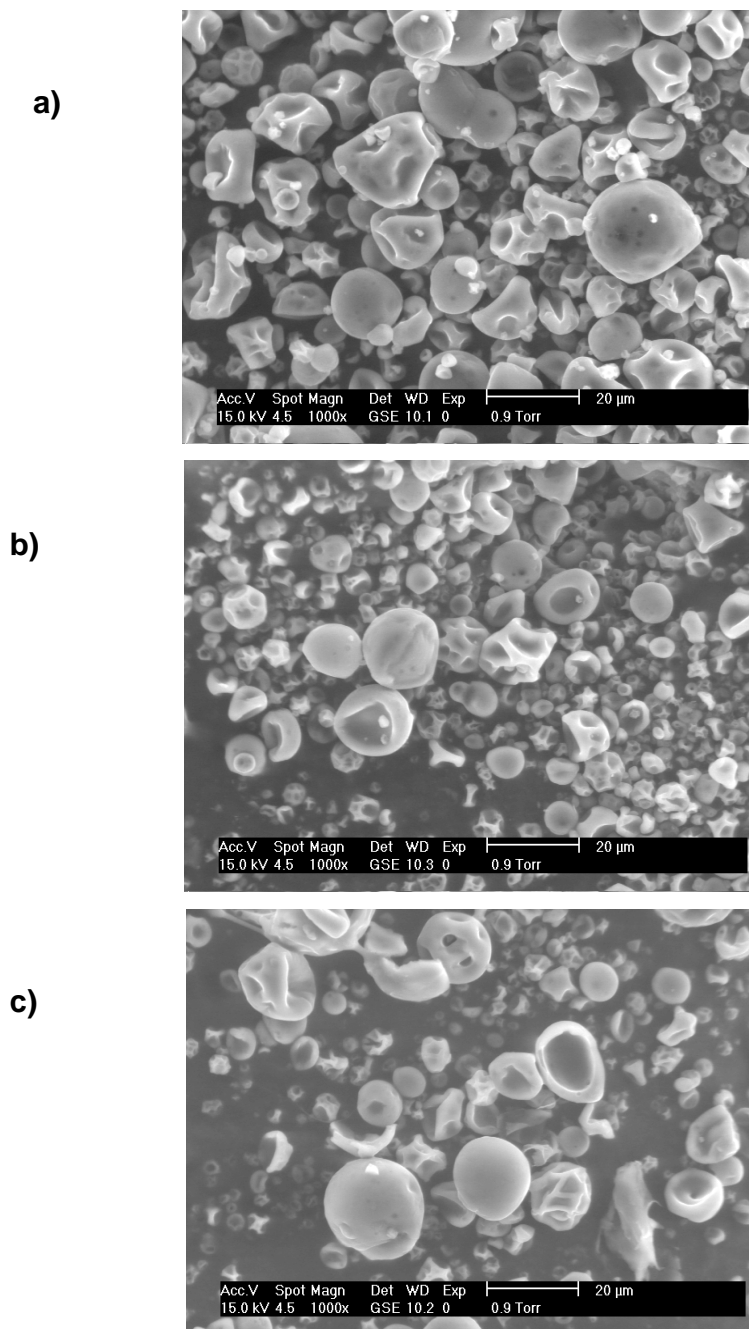


Figura 11 Microscopía electrónica de barrido de las cápsulas obtenidas durante la optimización del proceso de modificación del almidón por extrusión: a) Tratamiento 1, b) Tratamiento 2, c) Tratamiento 3

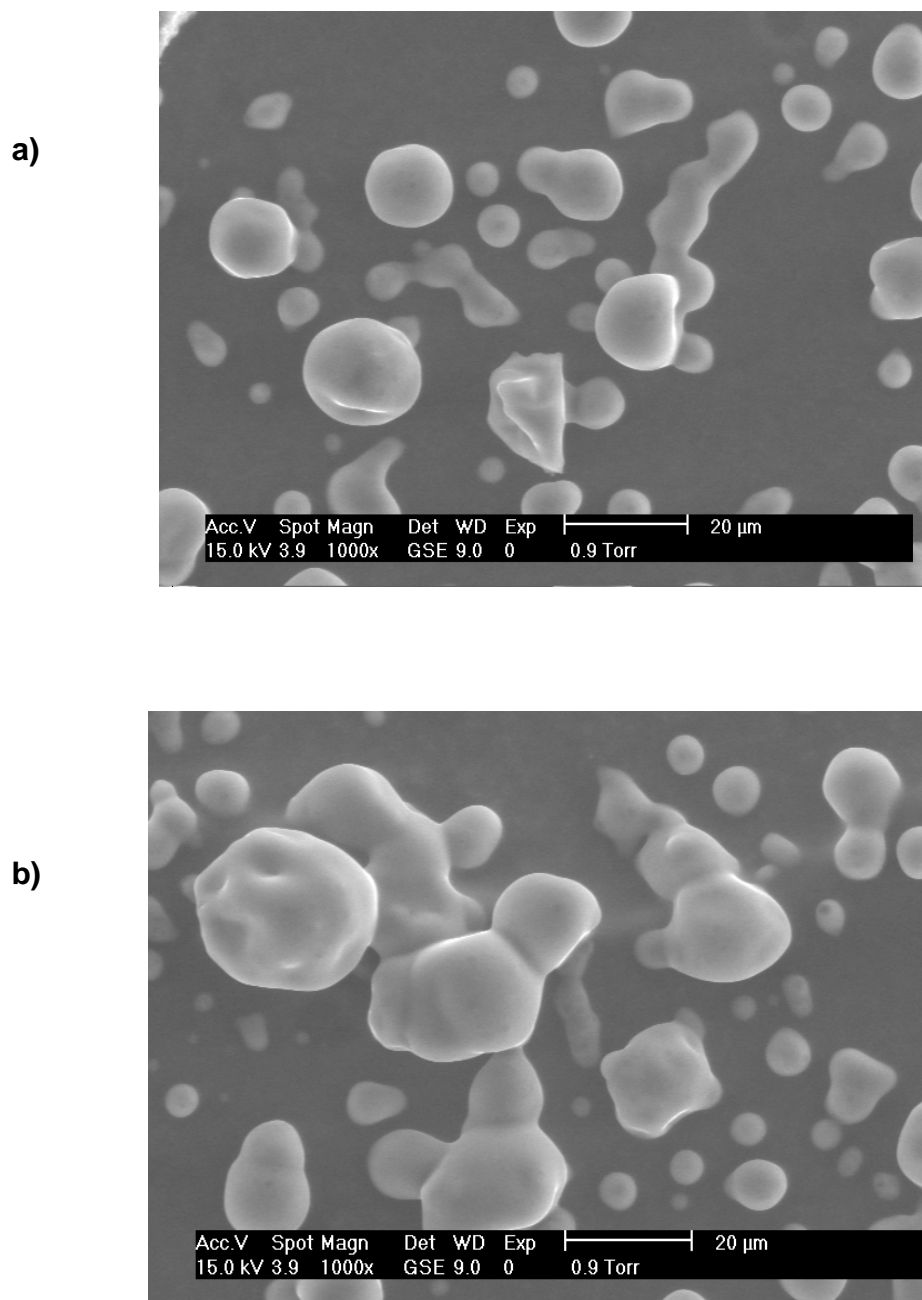


Figura 12 Micrografía de las cápsulas con mucílago de nopal:
a) 5 % de mucílago; b) 10 % de mucílago.

CONCLUSIONS

VI. CONCLUSIONES

Se encontraron las condiciones óptimas para el proceso de modificación química del almidón de maíz ceroso por el método de extrusión las cuales fueron seleccionadas en función al rendimiento de encapsulación y corresponden a: concentración de fósforo ([P]) = 4 y temperatura media del extrusor = 150 °C. Cabe destacar que las condiciones donde se obtuvo el mayor índice de solubilidad en agua ([P] = 3.67 y temperatura de extrusión = 167°C), no son iguales a las condiciones a seleccionadas, lo cual es un indicio de que el ISA es un parámetro importante para el proceso de encapsulación de ingredientes activos, pero no es el único factor que influye en las propiedades encapsulantes de cualquier material dado.

El uso de mezclas de almidón de maíz ceroso, hidrolizado y fosfatado por extrusión, y mucílago de nopal para encapsular aceite esencial de naranja usando secado por aspersion mejoró notablemente el rendimiento de encapsulación del aceite, donde los resultados mostraron que a mayores concentraciones del mucílago de nopal, mayores porcentajes de rendimiento se obtenían. Estas mezclas probaron su eficiencia para ser usadas como material encapsulante, debido principalmente a su baja viscosidad y su capacidad de interaccionar entre si para formar redes que funcionan como paredes durante el proceso de encapsulación por el método de secado por aspersion.

De las micrografías se evidencia que las cápsulas producidas empleando solamente el almidón presentaban formas y tamaños no uniformes, con partículas muy pequeñas. La utilización del mucílago de nopal en mezcla con el almidón de maíz ceroso hidrolizado y fosfatado por extrusión, permite obtener cápsulas con una distribución de tamaño más uniforme, donde el número de las partículas pequeñas disminuyó considerablemente.

BIBLIOGRAFÍA

VII. BIBLIOGRAFÍA

Anaya C., Cid H. y Villa J. 1995. Microencapsulado de una emulsión múltiple de colorante de betabel en oleoresina de flor de cempasúchil y su bioasimilación en *Penaeus Vannamei*. Tesis (Ingeniería en alimentos). México, Universidad Autónoma Metropolitana. 1-36, 65 p.

Anderson R. A., Conway H. F., Pfeifer V. F. y Griffing, Jr. 1969. Gelatinization of corn grits by roll and extrusion-cooking. *Cereal Science Today*. Pp 4-5, 7-8, 11-12. 14: 4 -12.

Anónimo. 2003. Catálogo de almidones y productos, cortesía MAKIMAT, ARANCIA.

Ayala A., Montes M. 2004. Almidones aniónicos y catiónicos. Tesis (procesamiento de cereales y oleaginosas). México Universidad Autónoma de Tamaulipas.

Barrientos P. F. 1965. El mejoramiento del nopal (*Opuntia* spp.) en México. *Vida Rural de México*, 8(90): 4-7.

Belitz, G. 1992. Química de los alimentos. Editorial Acribia, S.A. Segunda edición. Pág. 337-340.

Beristain C. I. and Vernon-Carter E. J. 1994. Utilization of Mesquite (*Prosopis juliflora*) gum as emulsion stabilizing agent for spray-dried encapsulated orange peel oil. *Drying Technology*, 12(7): 1727-1733.

Beristain, C. I. Garcia, H. C. and Vernor-Carter, E. J. 2001. Spray-dried encapsulation of cardamom (*Elettaria cardamomum*) essential oil with mesquite (*Prosopis juliflora*) gum. *Lebensm.-wiss.u.-Technol.* 34, 398-401.

Biliaderis, C. G. 1991. The structure and interactions of starch with food constituents. *Canadian Journal of Physiology Pharmacol* 69: 60-78.

Bravo H. H. 1978. Las cactáceas de México. Tomo I. Universidad Nacional Autónoma de México. Ciudad Universitaria. México, D. F. Pp 1-19, 62-83, 166-170, 320-322, 334,743.

Bravo H. H. y Piña L. I. 1979. Algunos aspectos sobre la industrialización de los nopales. *Cactáceas y Suculentas Mexicanas XXIV*: 27-31.

Bravo H. H. y Scheinvar L. 1995. El interesante mundo de las cactáceas. CONACYT-Fondo de Cultura Económica. México, D. F. 233 p.

Burge, R.M. y Duensing, W.J. 1989. Processing and dietary fiber ingredient applications of corn bran. *Cereal Foods World* 34: 535-538

Bulón, A., Colonna, P., Planchot, and S. Ball. 1998. Starch granules: structure and biosynthesis. Mini review. *Int. J. Biol. Macromol.* 23:85-112.

Bulón, A., Colonna, P., y Leloup, V. 1990. Les amidons et leurs dérivés dans les industries des céréales. *Industries alimentaires et agro-industrielles.* Juin. 515-532.

Camire, E. M., Camire A. and Krumhar, K. 1990. Chemical and nutritional changes in foods during extrusion. *CRC Crit. Rev. Food. Sci. and Nutr.*, 29 (1): 35-57.

Casper D. 2003. GF was first in encapsulation. *Food Technology.* 57 (1). 88-89 p.

Code of Federal Regulations. 1991: Food starch-modified in: Food Additives Permitted in Food for Human Consumption. 21CFR172.892, U.S. Govt. Printing Office, Washington, DC.

Chang B. Y. and Johnson J. A. 1977. Gelatinization of Starch in Extruded Products. *Cereal Chem.* 54 (3):436-443.

Chang, Y. H. y Lii, Ch. Y. 1992. Preparation of Starch Phosphates by Extrusion. *Journal of Food Science.* 57 (1): 203-205.

Chattopadhyaya S., Singhal R., and Kulkarni P. R. 1998. Oxidised starch as gum Arabic substitute for encapsulation of flavours. *Carbohydrate polymers.* 37, 143-144.

Chehtel, J. 1976. Introducción a la bioquímica y tecnología de los alimentos. España. *Acribia.* 81-87 *ídem* 118-129 *ídem* 229-233 p.

CODAGEM. 1979. Cultivo, Explotación y Aprovechamiento del Nopal. México. Folleto Informativo No. 158.

CODAGEM. 1981. Perspectivas de la Utilización del Nopal y de la Tuna. México. Folleto Informativo No. 282.

Colin C., B. 1976. Industrialización del Nopal y sus Productos. Tecnología LANFI.

Cousidine, D. M. 1982. *Foods and Food Production Encyclopedia.* John Wiley Inc., New York, p. 142.

Davison, V. J., Paton, D., Diosady, L. L., y Rubin, L. J. 1984. A model for mechanical degradation of wheat starch in a single-screw extruder.

Fanger G. O. 1974. Microencapsulation. Plenum Press, Nueva York.

Fellows, P. 1994. Tecnología del procesado de los alimentos principios y prácticas. España. Acribia. 273-284 p.

Fennema, R. O. 2000. Química de los Alimentos. Segunda Edición. Zaragoza España. Pp. 238-239.

Fleche, G. 1985. Chemical modification and degradation of starch. *In: Starch Conversion Technology.* Van Beynum, G. M. and Roel, J. A. (eds.). Marcel Dekker Inc., New York, pp: 73-99.

French D. 1984. Organization of starch granules. *In: Starch: Chemistry and Technology.* Whistler, R.L., BeMiller, J. N. and Paschall, E. F. (eds.). Academic Press., New York, pp: 183-247.

Geankopolis, C. J. 1999. Procesos de transporte y operaciones unitarias. México, Continental. 583-584 p.

Guilbot, A. and Mercier, C. 1985. Starch. En: "Polysaccharides". Aspinall, A. (Ed). Academia Press, Nueva York, EUA. Pp. 209-282.

Gómez, M. H., Waniska, D. R. and Rooney, W. L. 1990. Effects of nixtamalization on grinding conditions on starch in masa. *Starch/Starke* (Submitted).

Harper, J. M. 1981. Extrusion of foods. Vol. I. Published by CRC. Press, Inc. Boca Raton, Florida, USA.

Harper, J. M. 1986. Extrusion texturization of foods. *Food Technol.* 3:70-76.

Harper, J. M. 1990. Biotechnology and food process engineering. Extrusion of foods. Ed. Institute of Food Technologists. USA. 10:295-307.

Harper, J. M. 1992. Extrusion processing of starch, in Developments in carbohydrate Chemistry (Eds. R.J. Alexander, H.F.Zobel) A.A.C.C. USA.

Hernandez, B., Leiva G., Zanz A. y Sancez J. C. 1998. Aceites esenciales de ajo y cebolla extraída mediante extracción de vapor y microencapsulado en almidones modificados. Tesis (Ingeniería en alimentos). México. Universidad Autónoma Metropolitana.

Hood, L. F. 1982. Current concepts of starch structure. Cap. 13. En "Food Carbohydrates". Lineback, D. R. y Inglett, G.E. (Eds). AVI Publishing Inc. Westport. CT, EUA.

Jackson S. J., y Lee K. 1991. Lebensmittel-Wissenschaft & Technol. 24, 289.

Klose R. and Glicksman M. 1970. Gums Handbook of Food Aditives. *General Foods Corporation. Technical Center.* New York.

Larrea M. A., Chang Y. K., y Martínez B. F. 2005. Some functional properties of extruded orange pulp and its effect on the quality of cookies. LWT.: Vol. 38: 213-220

Lastra E., J. y S. Pérez P. 1978. Digestibilidad en vivo y en Vitro de Ensilaje de Nopal *Opuntia Picus indica*. Tesis Profesional. Chapingo, México. ENA.

Lee, Y. C. and Kim, K. 1990. Gelatinization and liquefaction of starch with a heat stable-amylase. Journal of Food Science, 55: 1365-1366, 1372.

Lee M. H., Hettiarachy N.S., McNew R.W. y Gnanasambandam R. 1999. Physicochemical properties of calcium-fortified rice. *Cereal Chemistry* 72(4): 352-355

Lineback, D. R. y Rasper, V. F. 1988. Wheat carbohydrates, En: "Wheat:Chemistry and Technology". Vol. I, Pomeranz, Y. (Ed). AACC, Inc. St. Paul, MN, EUA. Pp 277-372.

Manners, D. J. 1989. Recent developments in our understanding of amylopectin structure. Review paper. *Carbohydr. Polym.* 11:87-112

Marroquín F., J. S., G. Borja L., R. Velázquez C., J. A. de la Cruz C. 1964. Estudio Ecológico Dasonómico de las Zonas Áridas del Norte de México. Pub. Esp. 2, INIF-SAG. México, D.F. 133

Marusza, K. y Tomasik, P. 1991. Highly phosphorylated starch. *Starch/ Stärke*,46: 66-69.

Matthey, F. P. and Hanna, M. A. 1997. Physical and functional properties of twin-screw extruded whey protein concentrate-corn starch blends. *Lebensm.-Wiss u.- Technol.* 30: 359-366.

Mc.Garvie and Parolis H. 1979. The mucilage of *Opuntia ficus-indica*. *Carbohydrate Research*, **69**, 171-179.

Mc Garvie D and Parolis H. 1981a. Methylation analysis of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, **88**, 305-314.

Mc.Garvie and Parolis H. 1981b. The mucilage of *Opuntia ficus-indica*. Part 2 *Carbohydrate Research*, 1464-1466.

McNamee, B. F., O’riordan, E. And O’sullivan, M. 2001. Effect of partial Replacement of Gum Arabic with carbohydrates on Its Microencapsulation Properties. *Journal Agriculture Food Chemical*. 49, 3385-3388 p.

Mindt J, Sanderson G.R, Moyna P and Ramos G. 1975. Cactacea mucilage composition. *Journal Science Food Agriculture*, **26** (7), 993-1000.

Morris, V. J. 1990. Starch galation and retrogradation. *Trends Food Sci. Technol.* 1:2-6.

Moss, A. A. H. y Nonhebel, G. 1979. El secado de sólidos en la industria química. Barcelona, Reverte. 295-306 p.

Mulvaney, Steven J. Shirik y Rizvi, Syed S. 2003. Ingeniería de los alimentos operaciones unitarias y prácticas de laboratorio. México, Limusa, 205-212 *idem* 268-279 p.

Myers, R. H. 1971. Fundamentals of Response Surface Technology, Response Surface Methodology. Ally and Bancon (Eds). Boston. USA. Pp. 61-106

Nakakawa M. C. 1981. Microencapsulación en cosméticos. Tesis (Maestria en microencapsulación). México, Universidad Nacional Autónoma de México. 4-13 p.

Owusu-Ansah J., Van de Voort F. R., Stanley D. W. 1983. Physicochemical changes in cornstarch as a function of extrusion variables. *Cereal Chem.* 60:319-324.

Padmanabhan M. and Bhattacharya M. 1989. Extrudates expansion during extrusion cooking of foods. *Cereals Foods World* 34: 945-949.

Paschall, E. F. 1964. Phosphation with inorganic phosphate salts. Methods in carbohydrate chemistry: Starch. Whistler, R. L. ed. New York, Academic Press. 4: 294-296.

Pitchon, E. P., O'Rourke, J. D., and Joseph, T. H. 1986. Apparatus for cooking or gelatinizing materials. U.S. patent 4,600,472.

Popplewell, L.M., Black, J.M., Norris, LM. y Porzio, M. (1995). Encapsulation system for flavors and colors. *Food Technol.* 49 (5) 76-82.

Raiz, M. N. 2000. Extruders in Food Applications. Technomic Publishing Co. Inc. Pp. 1-30,127-131.

Ré M. I. 1998. Microencapsulation by Spray Drying. *Drying Technol.* 16(6), 1195-1236.

Reineccius G. A. 1991. *Food Technol.* 144.

Rzedowski J. 1962. Contribuciones a la fitogeografía florística e histórica de México. I. Algunas consideraciones acerca del elemento endémico de la flora mexicana. *Bol. Soc. Bot. Méx.* 27:52-65.

Saag I.M.K, Sanderson G, Moyna P and Ramos G. 1975. Cactacea mucilage composition. *Journal Science Food Agriculture*, **26**, 993-1000.

San Martín E., Aguilar M. A., Espinosa T., Ples R. C. y Quintana Z. D. 2004. Starch phosphates produced by extrusion: Physical properties and influence on yogust stability. *Starch/Stärke* 56: 199-207.

Santillán E. 1990. Estudio comparativo de las técnicas de microencapsulación empleadas en la industria farmacéutica. Tesis (ingeniería química). México. Universidad Nacional Autónoma de México. 3-8 p.

Shepherd, R., Robertson, A. and Ofman, D. 2000. Dairy glycoconjugate emulsifiers: casein-maltodextrins. *Food hydrocolloids*. 14, 281-286 p.

Sheu T., Rosenberg, M. 1995. Microencapsulation by spray-drying ethyl caprylate in whey-protein an carbohydrate wall system. *Journal Food Science*. 60 (1), 98-103 p.

Solares, D. B. 1989. Phosphorylate Starches and Miscellaneous Inorganic Esters, en: *Modified Starches: Properties and Uses*. Capítulo 7. Editorial CRC Press, Inc., Florida, U.S.A. pp 98-101.

Soto F. 1995. Sustitución de la goma arábiga como agente encapsulante de sabor. Tesis (Maestría en tecnología de alimentos). México, Universidad Nacional Autónoma de México. 2-18 p.

StatSoft Inc. 1997. *Statistica for Windows*. Computer program manual. Tulsa, OK: StatSoft, WEB : <http://www.statsoft.com>

Stute, R. 1992. Hydrothermal modification of starches: The difference between annealing and heat/moisture treatment. *Starch/Staerke* 44:205-214.

Thomas, D. J. and Atwell, W. A. 1999a. *Starches. Practical guides for the food industry* Eagan Press Handbook Series. St. Paul, Minnesota. Pp. 7-30.

Thomas, D. J., and Atwell, W. A. 1999b. *Starches*. Eagan Press, St, Paul, Minnesota, U. S. A.

Thomas, D. J. y Atwell, W.A. 1999c. Special Topics: Encapsulating Agents. Capítulo 9, y Starch Modification. Capítulo 4 en: Starch. American Association of Cereal Chemists. Pp 31-39, 84-85.

Torres M. K. 2007. Optimización de la etapa de hidrólisis ácida en el proceso de fosfatación de almidón por extrusión para la encapsulación de aceite esencial de naranja. Tesis (Licenciatura en Química en Alimentos). Pachuca, Hgo., Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. 48-69 p.

Trachtenberg S. and Mayer A.M. 1981. A Stereological Analysis of The Succulent Tissue of *Opuntia ficus indica*. Journal of Experimental Botany, **32** (130), 1091-1103.

Trachtenberg S. and Mayer A.M. 1982. Biophysical Properties of *Opuntia ficus-indica* Mucilage. *Phytochemistry*, **21** (12), 2835-2843.

Villarreal, G., A. 1958. El nopal como forraje para el ganado. Mimeo, s/f p.4. Escuela Nacional de Agricultura, México. 13 p.

Villarreal F, Rojas-Mendoza P, Arellano V and Moreno J. 1963. *Estudio químico sobre seis especies denopales (Opuntia spp)*. Ciencia (México), **22** (3), 59-65.

Watson, S. A. 1987. Corn: Chemistry and Technology. American Association of Cereal Chemists. Pp. 605-613.

Wellhausen, E.J., Roberts, L. M., Hernández, X. and Mangelsdorf, P. C. 1951. Razas de maíz en México. Su origin, características y distribución. In: Xolocotzia. Obras de Efraín Hernández Xolocotzi. Efraín Hernández (Ed.), Chapingo, México.

Whistler, R. L., and J. R. Daniel. 1984. Molecular structure of starch, In: R. L. Whistler, J. N. Bemiller, and E. F. Paschall (Eds.). Starch: Chemistry and Technology. p. 154-180. Academic Press, Inc. New York, U. S. A.

Wolf, M.J., Buzan, C.L., MacMasters, M.M. y Rist, C.E. 1952. Structure of the mature corn kernel. Cereal Chem. 29: 321-382.

Wolf, M.J., Khoo, V. y Seckinger, H.L. 1969. Distribution and subcellular structure of endosperm protein in varieties of ordinary and high-lysine maize. Cereal Chem., 46: 253-263.

Zambrano, F. M. 1998. Otimização das condições de Hidrólise ácida do Amido de Mandioca para Obtenção de Substituto de Gordura: Caracterização de Hidrolisados e Aplicação em Bolos. Campinas, SP. Universidade Estadual de Campinas. Para Obtenção do Título de Doctor em Tecnologia de Alimentos. Pp. 81-95

Zobel, H. F. 1988. Molecules to granule: a comprehensive starch review. Starch/Stärke, 40; 44-50.

ΑΝΕΧΟΣ

VIII. ANEXOS

VIII.1 ÍNDICE DE SOLUBILIDAD DE AGUA 75°C.

Cuadro 19 Efectos estimados del Índice de Solubilidad en Agua 75°C.

	Efecto	Error estándar	p	-95.%	+95.%
Intercepto	85,20000	2,274059	0,000000	80,3226	90,07737
[P] (L)	-7,23706	2,274058	0,006649	-12,1144	-2,35969
[P] ² (Q)	-7,32125	3,008295	0,028937	-13,7734	-0,86909
Temp.°C (L)	4,61357	2,274059	0,061944	-0,2638	9,49094
Temp. ² °C (Q)	-2,73125	3,008298	0,379291	-9,1834	3,72090
[P] L & Temp. L	7,76000	3,216005	0,030113	0,8624	14,65764

Cuadro 20 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el índice de solubilidad de agua 75°C.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	209,5001	1	209,5001	10,12794	0,006649
[P] ² (Q)	122,5158	1	122,5158	5,92283	0,028937
Temp. °C (L)	85,1399	1	85,1399	4,11595	0,061944
Temp. ² °C (Q)	17,0508	1	17,0508	0,82429	0,379291
[P] L & Temp. L	120,4352	1	120,4352	5,82224	0,030113
Error	289,5952	14	20,6854		
Total SS	827,6488	19			

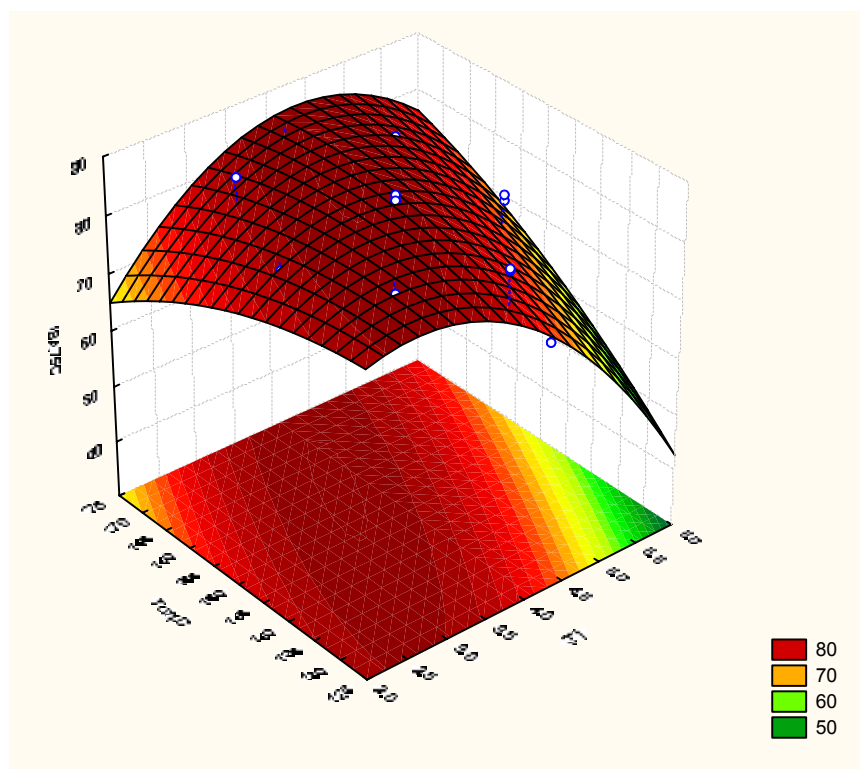


Figura 13 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Solubilidad de Agua 75°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.

VIII.2 ÍNDICE DE ABSORCIÓN DE AGUA 30°C.

Cuadro 21 Efectos estimados del Índice de Absorción en Agua 30°C.

	Efecto	Error estándar	p	-95.%	+95.%
Intercepto	2433,204	1361,427	0,095559	-486,77	5353,175
[P] (L)	175,442	1361,427	0,899296	-2744,53	3095,413
[P]² (Q)	-801,367	1800,998	0,663153	-4664,12	3061,390
Temp.°C (L)	1058,711	1361,427	0,449719	-1861,26	3978,682
Temp.² °C (Q)	175,330	1801,000	0,923827	-3687,43	4038,090
[P] L & Temp. L	25,036	1925,349	0,989809	-4104,43	4154,498

Cuadro 22 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el índice de absorción de agua 30°C.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	123120	1	123120	0,016607	0,899296
[P] ² (Q)	1467862	1	1467862	0,197987	0,663153
Temp. °C (L)	4483473	1	4483473	0,604736	0,449719
Temp. ² °C (Q)	70264	1	70264	0,009477	0,923827
[P] L & Temp. L	1254	1	1254	0,000169	0,989809
Error	103795113	14	7413937		
Total SS	110624375	19			

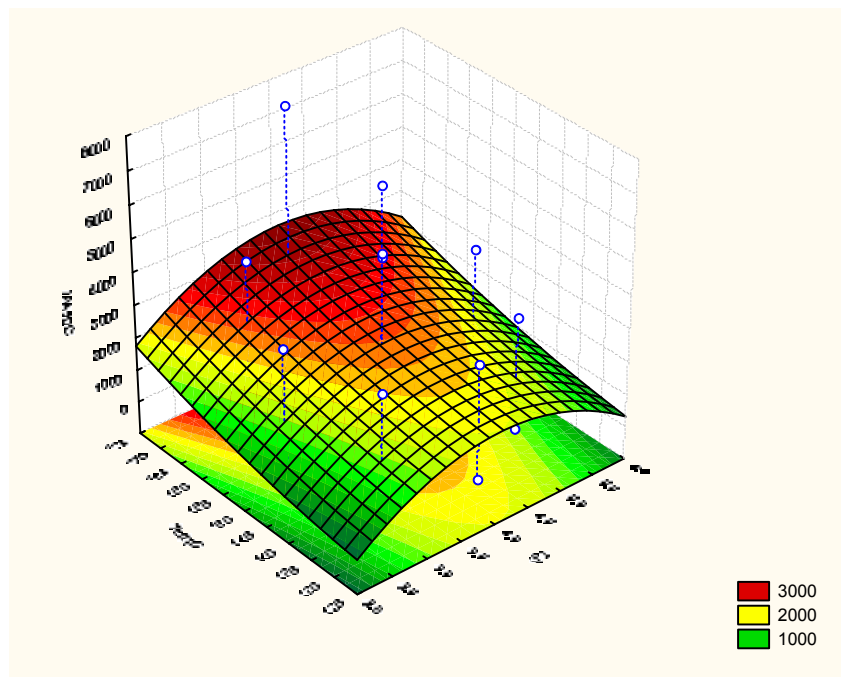


Figura 14 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Absorción de Agua 30°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.

VIII.3 ÍNDICE DE ABSORCIÓN DE AGUA 75°C

Cuadro 23 Efectos estimados del Índice de Absorción en Agua 75°C.

	Efecto	Error estándar	p	-95.%	+95.%
Intercepto	4,345750	0,366839	0,000000	3,55896	5,132542
[P] (L)	0,566573	0,366839	0,144774	-0,22022	1,353365
[P]² (Q)	-0,379437	0,485283	0,447303	-1,42026	0,661391
Temp.°C (L)	1,047784	0,366839	0,012693	0,26099	1,834576
Temp.² °C (Q)	-0,231188	0,485283	0,641141	-1,27202	0,809641
[P] L & Temp. L	1,258000	0,518789	0,029431	0,14531	2,370692

Cuadro 24 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el índice de absorción de agua 75°C.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	1,28402	1	1,284018	2,385390	0,144774
[P]² (Q)	0,32908	1	0,329080	0,611350	0,447303
Temp. °C (L)	4,39140	1	4,391403	8,158146	0,012693
Temp.² °C (Q)	0,12217	1	0,122166	0,226955	0,641141
[P] L & Temp. L	3,16513	1	3,165128	5,880029	0,029431
Error	7,53598	14	0,538284		
Total SS	16,71878	19			

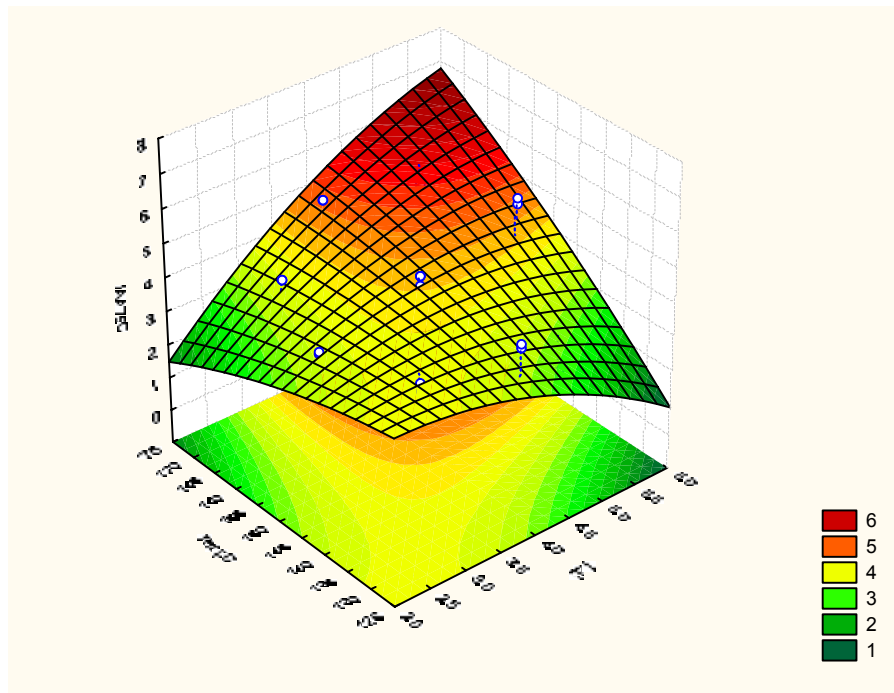


Figura 15 Gráfica de superficie de respuesta para el Índice de Absorción de Agua 75°C, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.

VIII.4 CONCENTRACIÓN DE FÓSFORO PRESENTE EN EL ALMIDÓN MODIFICADO

Cuadro 25 Efectos estimados de la Concentración de Fósforo presente en el Almidón Modificado.

	Efecto	Error estándar	p	-95.%	+95.%
Intercepto	0,287165	0,008556	0,000000	0,268814	0,305516
[P] (L)	0,085189	0,008556	0,000000	0,066838	0,103540
[P]² (Q)	0,009283	0,011319	0,425874	-0,014993	0,033559
Temp.°C (L)	0,001782	0,008556	0,838052	-0,016569	0,020132
Temp.² °C (Q)	0,008895	0,011319	0,445048	-0,015381	0,033171
[P] L & Temp. L	-0,009703	0,012100	0,435994	-0,035655	0,016249

Cuadro 26 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para la concentración de fósforo presente en el almidón modificado.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	P
[P] (L)	0,029029	1	0,029029	99,13447	0,000000
[P] ² (Q)	0,000197	1	0,000197	0,67265	0,425874
Temp. °C (L)	0,000013	1	0,000013	0,04336	0,838052
Temp. ² °C (Q)	0,000181	1	0,000181	0,61757	0,445048
[P] L & Temp. L	0,000188	1	0,000188	0,64309	0,435994
Error	0,004100	14	0,000293		
Total SS	0,033594	19			

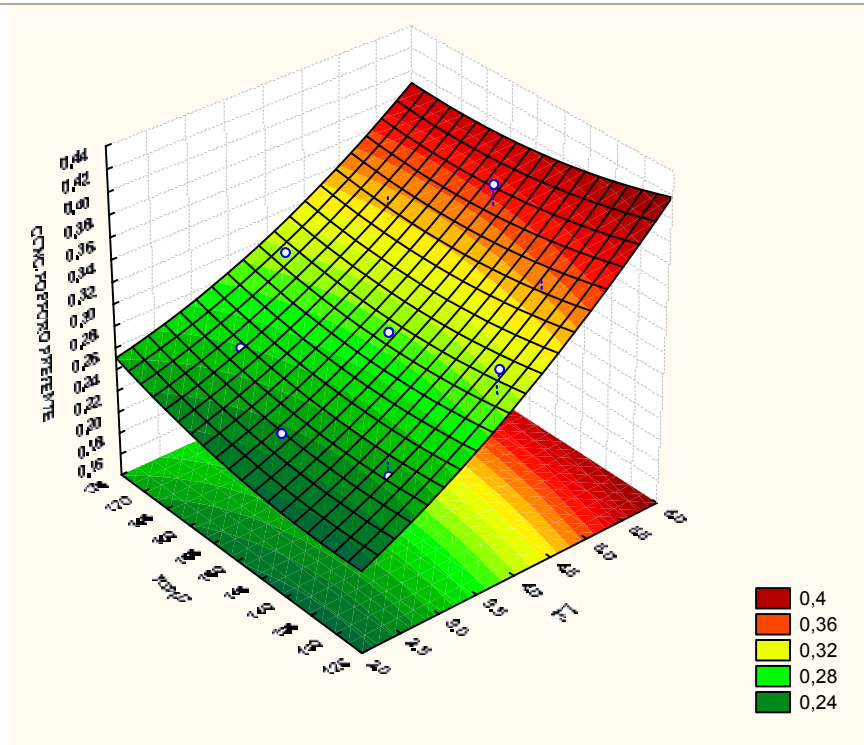


Figura 16 Gráfica de superficie de respuesta para la Concentración de Fósforo presente en el Almidón Modificado, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.

VIII.5 PORCENTAJE DE FÓSFORO SUSTITUIDO

Cuadro 27 Efectos estimados del Porcentaje de Fósforo Sustituido.

	Efecto	Error estándar	p	-95.%	+95.%
Intercepto	0,717912	0,021390	0,000000	0,672035	0,763789
[P] (L)	0,212973	0,021390	0,000000	0,167096	0,258850
[P]² (Q)	0,023207	0,028296	0,425874	-0,037482	0,083897
Temp. °C (L)	0,004454	0,021390	0,838052	-0,041423	0,050331
Temp.² °C (Q)	0,022237	0,028296	0,445048	-0,038453	0,082927
[P] L & Temp. L	-0,024258	0,030250	0,435994	-0,089138	0,040622

Cuadro 28 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el porcentaje de fósforo sustituido.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	0,181430	1	0,181430	99,13447	0,000000
[P]² (Q)	0,001231	1	0,001231	0,67265	0,425874
Temp. °C (L)	0,000079	1	0,000079	0,04336	0,838052
Temp.² °C (Q)	0,001130	1	0,001130	0,61757	0,445048
[P] L & Temp. L	0,001177	1	0,001177	0,64309	0,435994
Error	0,025622	14	0,001830		
Total SS	0,209962	19			

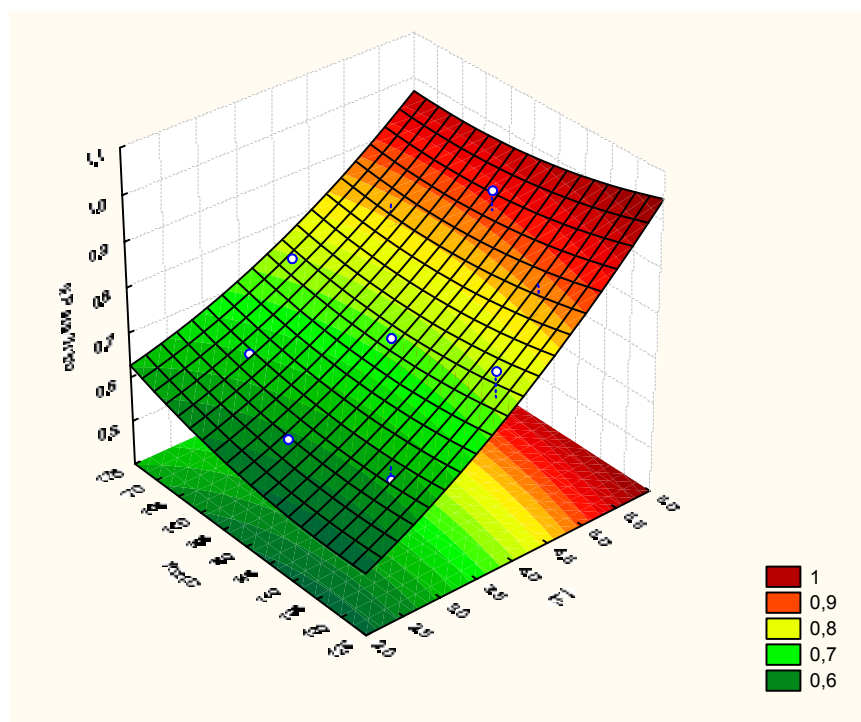


Figura 17 Gráfica de superficie de respuesta para el Porcentaje de Fósforo (%P) Sustituido, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.

VIII.6 GRADO DE SUSTITUCIÓN DE FÓSFORO

Cuadro 29 Efectos estimados del Grado de Sustitución de Fósforo.

	Efecto	Error estándar	p	-95.%	+95.%
Intercepto	0,038626	0,001193	0,000000	0,036067	0,041185
[P] (L)	0,011824	0,001193	0,000000	0,009265	0,014383
[P]² (Q)	0,001350	0,001578	0,406637	-0,002035	0,004736
Temp.°C (L)	0,000237	0,001193	0,845381	-0,002322	0,002796
Temp.² °C (Q)	0,001229	0,001578	0,449197	-0,002156	0,004614
[P] L & Temp. L	-0,001326	0,001687	0,444950	-0,004945	0,002293

Cuadro 30 ANOVA; modelo cuadrático con todos los efectos, para el grado de sustitución de fósforo.

	Suma de Cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	p
[P] (L)	0,000559	1	0,000559	98,20310	0,000000
[P] ² (Q)	0,000004	1	0,000004	0,73201	0,406637
Temp. °C (L)	0,000000	1	0,000000	0,03947	0,845381
Temp. ² °C (Q)	0,000003	1	0,000003	0,60616	0,449197
[P] L & Temp. L	0,000004	1	0,000004	0,61785	0,444950
Error	0,000080	14	0,000006		
Total SS	0,000648	19			

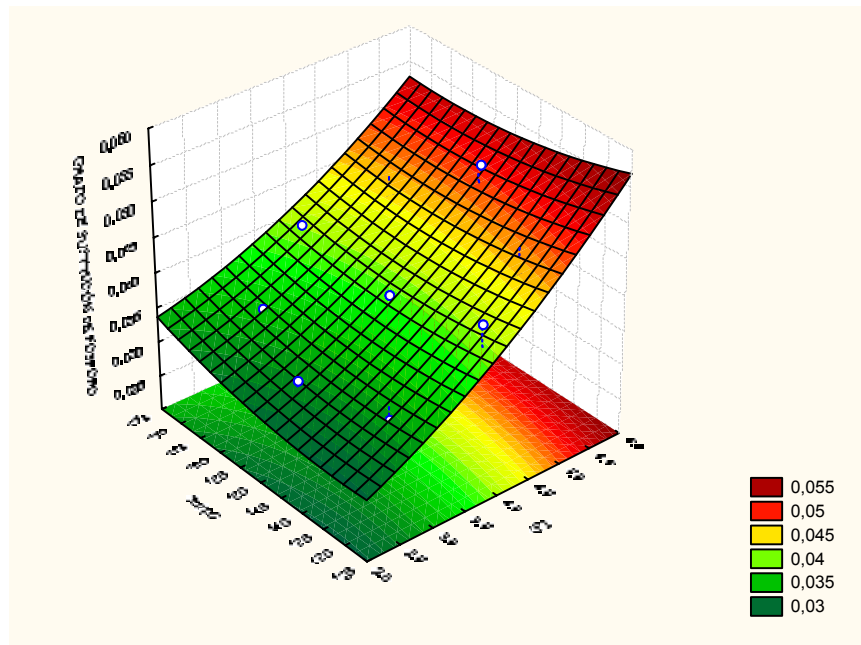


Figura 18 Gráfica de superficie de respuesta para el Grado de Sustitución (GS) de Fósforo, en función de la concentración de fósforo y temperatura de extrusión.