Evaluación de caudales de alimentación y temperaturas para determinar variación y capacidad de secado del equipo de secado por aspersión, LabPlant™ SD-06

Maynor René Moscoso Véliz

Escuela Agrícola Panamericana, Zamorano
Honduras
Noviembre, 2018

ZAMORANO
CARRERA DE AGROINDUSTRIA ALIMENTARIA

Evaluación de caudales de alimentación y temperaturas para determinar variación y capacidad de secado del equipo de secado por aspersión, LabPlant™ SD-06

Proyecto especial de graduación presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniero en Agroindustria Alimentaria en el Grado Académico de Licenciatura

Presentado por

Maynor René Moscoso Véliz

Zamorano, Honduras
Noviembre, 2018

Evaluación de caudales de alimentación y temperaturas para determinar variación y capacidad de secado del equipo de secado por aspersión, LabPlant™ SD-06

Maynor René Moscoso Véliz

Resumen. La tecnología de secado por aspersión tiene como objetivo la micro encapsulación de compuestos. En el presente trabajo se determinaron características de las gotas de emulsión, características de partículas y capacidad de secado del equipo, modificando el caudal de alimentación y la temperatura del aire de secado. Se realizaron dos fases en el encapsulado de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA, utilizando maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™ y almidón modificado Capsúl® Ingredion™. En la primera fase se utilizaron distintos caudales de alimentación, utilizando temperatura de aire de secado de 180 °C. Para la segunda fase se utilizó el caudal de alimentación de 14.91 g/min, debido a que en la fase anterior presentó el menor tamaño medio de las partículas y la mayor capacidad de remoción de agua, combinando el caudal con temperaturas de secado de 160 y 180 °C. En el caso de las gotas de emulsión evaluadas se determinó un rango de tamaños de las gotas de emulsión de 0.5-200 μm y una total estabilidad de la emulsión luego de 24 horas de reposo. Con las combinaciones de los parámetros se determinó que en ambas fases no existe diferencia estadística en humedad y solubilidad. La máxima capacidad de secado a la que llego el equipo fue de 74.798%. La alimentación de 14.91 g/min presentó el menor tamaño $D_{4,3}$ con 55.95 μm, mientras que en la segunda fase no se presentó diferencia estadística en el tamaño entre las temperaturas. La alimentación de 14.91 g/min a 180 °C proporciona micropartículas que están en el rango considerado apto para matrices alimentarias.

Palabra clave: Estabilidad de emulsión, micro encapsulación, secado.

Abstract. The Spray Dryer technology aims the micro encapsulation of compounds. In the present work, characteristics of the emulsion droplets, particle characteristics and drying capacity of the equipment were determined, modifying the feeding flow rate and drying air temperature. The evaluation was carried out in two phases using encapsulation of D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA, with maltodextrin Mor Rex 1910 Ingredion™ and modified starch Capsúl® Ingredion™. In the first phase, different feed rates were used, using a drying air temperature of 180 °C. For the second phase, the feed flow of 14.91 g/min was used, because in the previous phase it had the smallest average particle size and the highest water removal capacity, combining the flow rate with drying temperatures of 160 and 180 °C. In the case of the emulsion drops evaluated, a range of emulsion droplet sizes of 0.5-200 μm and a total stability of the emulsion after 24 hours of rest were determined. With the combinations of the parameters it was determined that in both phases there is no statistical difference in humidity and solubility. The maximum drying capacity reached by the equipment, being 74.798%.The feed of 14.91 g/min gave the smallest size $D_{4.3}$, with a size of 55.95 μm, and in the case of the second phase, there was no statistical difference in size. The mass flow rate of 14.91 g/min at 180 °C renders microparticles that are in the range considered apt for food matrixes.

Key words: Drying, emulsion stability, micro encapsulation.

CONTENIDO

Portadilla……..……...……... i
Página de firmas……..……...……... ii
Resumen……..…….. iii
Contenido……..……..... iv
Índice de Cuadros, Figuras y Anexos……....……... v

1. INTRODUCCIÓN……..…….…….. 1

2. MATERIALES Y MÉTODOS…….....……...….. 3

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN…….…..… 10

4. CONCLUSIONES…….……... 24

5. RECOMENDACIONES…….…..… 25

6. LITERATURA CITADA…….…... 26

7. ANEXOS……..…. 29

ÍNDICE DE CUADROS, FIGURAS Y ANEXOS

Cuadros Página

1. Combinaciones entre distintos rpm y temperatura de 180 °C…….….. 3
2. Índice de cremeabilidad (%) en los distintos tiempos (horas)……... 10
3. Caudales de alimentación con distintas revoluciones de bomba peristáltica…….. 12
4. Porcentaje de humedad y solubilidad de microcápsulas con modificaciones en caudal de alimentación (g/min)……..... 13
5. Tamaño medio de partículas $D_{4,3}$ (μm) a distintos caudales de alimentación……... 15
6. Rendimientos de secado del equipo LabPlant™ SD-06 con distintos caudales de alimentación……..... 16
7. Condiciones de secado del equipo LabPlant™ SD-06 con modificaciones en el caudal de alimentación…….….... 17
8. Porcentaje de humedad y solubilidad con cambios en temperatura de secado……..... 18
9. Tamaño medio de partículas $D_{4,3}$ en micrómetros, con modificaciones en la temperatura del aire de secado……..... 20
10. Rendimientos de secado del equipo LabPlant™ SD-06 con distintas temperaturas del aire de secado…… 20
11. Condiciones de secado del equipo LabPlant™ SD-06 con modificaciones en temperaturas del aire de secado……... 21

Figuras Página

1. Esquema del ciclo de secado por aspersión……..... 7
2. Tamaño y distribución de gotas de emulsión…….….... 11
3. Tamaño de partículas en micrómetros a 180 °C con diferentes caudales de alimentación…….…….. 14
4. Tamaño de partículas en micrómetros, con cambios en temperatura de secado……..……..... 19

Anexos Página

1. Equipo de secado por aspersión, LabPlant™ SD-06……..….. 29

Anexos Página

2. Sensor de humedad relativa y temperatura del aire de salida del equipo LabPlant™ SD-06……..……..……...…..……..……...… 30
3. Prueba de índice de cremeabilidad (CI) por el método del cilindro……..……..... 30
4. Recipiente bajo la cámara de secado con la presencia de emulsión sin secar, obtenida por gateamiento de la cámara de secado……..……..... 31
5. Cámara de secado con la presencia de partículas adheridas en las paredes.…..... 31

1. INTRODUCCIÓN

En las ciencias de la tecnología alimentaria se desarrollan investigaciones con el fin primordial de conservar características sensoriales en los alimentos por tiempos prolongados y poder ofrecer productos de fácil manejo y de calidad a los clientes. Las características sensoriales a conservar son el sabor, olor, textura y color, lo cual son utilizadas varias técnicas como el uso de algunos aditivos, tecnologías térmicas, irradiación, micro encapsulación, entre otros. El uso de micro encapsulación, permite conservar aromas, sabores, colorantes, aspectos nutricionales como la adición de vitaminas, pro-bióticos, aceites, microorganismos, entre otros; además se pueden utilizar algunos compuestos encapsulantes que liberan de manera controlada las matrices que se conservan al utilizar la micro encapsulación.

Según Guevara y Jiménez *(*2008), desde un principio las técnicas de micro encapsulación fueron utilizadas para enmascarar sabores indeseables en las matrices alimentarias o para el fácil uso de los alimentos. Sin embargo, estas tecnologías han ido evolucionando hasta contar con el objetivo de realizar protección hacia los compuestos de interés, mejorar su efectividad e incrementar intervalos de tiempo para su utilización.

La tecnología de la micro encapsulación tiene un amplio rango de aplicaciones, que incluye la aplicación en farmacéutica, alimentos, hogar, cuidado personal, productos agroquímicos, entre otros. Para el año 2017 se cita una mayor aplicación de esta tecnología en la industria de farmacéutica y cuidado personal, abarcando un 62.7% del total mundial. Los principales países productores de microencapsulados incluye a Estados Unidos, los países de la Unión Europea y China con un 31.4, 30.5 y 11.5% respectivamente de la producción mundial. Es importante indicar que para el año 2017 se contaba con un valor global de USD 1,280 millones, proyectando un crecimiento hasta USD 2,870 millones para el año 2025. Se espera que con el desarrollo de investigaciones y conocimientos de su aplicabilidad, esta tecnología tenga un incremento positivo para cada uno de los rubros a los que es aplicado (Research Trades 2018).

Existen distintos procesos para la micro encapsulación de compuestos, de los cuales se pueden mencionar secado por aspersión, recubrimiento en lecho fluidizado, extrusión, entre otros (Parzanese 2012). El secado por aspersión es un proceso físico muy utilizado para la micro encapsulación de sustancias líquidas tanto en la industria alimentaria como en la farmacéutica. Es necesario conocer los componentes que se obtienen, como es la fase interna, lo cual es el material que es cubierto y el material que recubre, que es llamado pared (Lopez 2015).

Con respecto a la pared, García y Lopez (2012) mencionan el uso de diversos polímeros, como es la utilización de maltodextrinas, goma arábica, aislados de proteínas, entre otros; estos para encapsular aceite de naranja, cardamomo y d-limoneno. Existen estudios sobre la eficiencia de encapsulación de compuestos con la ayuda de algunos polímeros o proteínas, que tienen como fin fungir como un agente emulsificante y formador de material de pared o película. Sin embargo, Bringas *et al.* (2011) reportan que existe una escasa documentación de la influencia del aire de secado como también de la influencia de la temperatura del aire de salida de secado para la retención y encapsulación de compuestos.

Esquivel *et al.* 2015, indica que la calidad de los polvos producidos mediante secado por aspersión depende de varios factores como las características de la solución, del aire de secado y el contacto de las gotas en la cámara de secado. Por lo tanto, para efecto de la presente evaluación se realizó el proceso de micro encapsulación por medio del método de secado por aspersión, para la determinar la importancia de estos factores en la formación de microcápsulas, utilizando como emulsificante almidón modificado (Capsúl® Ingredion™), maltodextrina (Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™) como material de cubierta (Madene *et al.* 2006) y para la fase interna D-limoneno (TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA). Con la elaboración de esta emulsión se pretende evaluar el cambio de caudal de alimentación y el cambio de temperatura de secado. Al realizar estas modificaciones se evaluarán las diferencias que se presentan en las microcápsulas generadas, haciendo análisis de humedad, determinación de tamaño de partículas y rendimiento de secado.

Con respecto a la encapsulación de D-limoneno por "spray drying" Jafari *et al.* (2007) reportan la utilización de temperatura de secado de 180 °C con una temperatura del aire de salida de 65 °C, utilizando 30% de maltodextrina y 10% de proteína de suero o almidón modificado. Para la micro encapsulación de concentrado de tomate mediante "spray dryer" Goula y Adamopoulos (2008), indican la utilización de tres temperaturas de secado (130, 140 y 150 °C), utilizando como material de pared maltrodextrina. Lo anterior, refleja rangos altos respecto a la variación de temperatura de secado, por lo que es importante verificar si existe diferencia alguna con la variación de caudal de alimentación y temperatura de secado para la obtención de micropartículas, como también verificar si los comportamientos encontrados en la encapsulación de otros compuestos y con el uso de otros materiales de paredes y emulsificantes, son diferentes a los encontrados en la presente investigación. Los objetivos del presente estudio incluyen:

- Determinar el tamaño de las gotas y el índice de cremeabilidad de la emulsión de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA, mediante el uso de Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™ y almidón modificado Capsúl® Ingredion™.
- Analizar el efecto del caudal de alimentación de la emulsión y temperaturas de secado en la obtención de micropartículas de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA, mediante el uso de Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™ y almidón modificado Capsúl® Ingredion™.
- Determinar el efecto de la temperatura de secado y caudal de alimentación de la emulsión en la capacidad de secado y remoción de agua del equipo LabPlant™ SD-06.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

La presente investigación fue realizada en UNICAMP (Universidade Estadual de Campinas) Brasil, específicamente en el Laboratorio de Innovación de Alimentos, perteneciente a la facultad de Ingeniería de Alimentos. La investigación se seccionó en cuatro procesos generales para poder obtener las microcápsulas a ser evaluadas. Los procesos con los que cuenta el proyecto de investigación son: preparación de la emulsión, caracterización de la emulsión, realizar proceso de micro encapsulación y la caracterización de las partículas generada por secado por aspersión. Para evaluar el efecto de la temperatura y el caudal de alimentación por medio de la variación de rpm (revoluciones por minuto) de la bomba peristáltica en la formación de partículas, se procedió a realizar la investigación, seccionándola básicamente en dos partes, las cuales se detallan a continuación.

Fase número uno.
En esta fase, por medio de una carta psicométrica, fue determinada la capacidad de secado que presenta el equipo LabPlant™ SD-06 ubicado en el Laboratorio de Innovación de Alimentos de UNICAMP, variando el caudal de alimentación y temperatura de secado constante. Para ello fue colocado un sensor de humedad relativa y temperatura (Anexo 2), para realizar medidas en el aire de salida del equipo. El Cuadro 1 presenta las combinaciones de los distintos caudales de alimentación (rpm) y la temperatura de 180 °C.

Cuadro 1. Combinaciones entre distintos rpm y temperatura de 180 °C.

Revoluciones por minuto.	**Temperatura (180 °C)**
10	180
15	180
20	180
25	180

Por medio de las combinaciones presentadas anteriormente y realizando el proceso por triplicado, se determinó cuál era el caudal de alimentación necesario para llegar al adecuado funcionamiento del equipo a la temperatura de secado de 180 °C para la encapsulación de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA, con la utilización de almidón modificado Capsúl® Ingredion™ y Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™. Al obtener los procesos experimentales se realizaron los análisis de rendimiento, humedad y tamaño de partícula para identificar si existía variación con el cambio de las condiciones de secado.

Fase número dos.
Al obtener los resultados de la fase No. 1, se realizó el secado con el caudal de alimentación (velocidad de bomba peristáltica) que presentó el mejor tamaño medio de las partículas y la mayor capacidad de secado del equipo sin provocar gateamiento de la emulsión en la cámara de secado, siendo este combinado con temperaturas de secado de 160 y 200 °C. Mediante esta variación se calculó la capacidad de secado y verificó el comportamiento del equipo mediante la toma de datos de la temperatura y humedad del aire de salida, corroborando la saturación del aire mediante la carta psicométrica. Al igual que la fase anterior fueron realizados los análisis de rendimiento, humedad y tamaño de partícula.

Preparación de la emulsión. Para la obtención de las micropartículas fue necesaria la obtención de emulsión con un 24% de maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™, 8% de almidón modificado Capsúl® Ingredion™, 8% de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA y 60% de agua destilada. Para la elaboración de la emulsión y su posterior utilización en encapsulación, fueron seleccionados los compuestos anteriormente mencionados ya que para el caso de la maltodextrina se menciona que es uno de los polímeros más utilizados debido al costo relativamente bajo, sabor suave, baja viscosidad que presenta a alto contenido de sólidos y la excelente protección para encapsulado de materiales. Algunos de estos materiales son aceite de naranja, grasa de leche, aceite de soya y pescado; presentando esta efectividad de retención de aceites debido a que son los menos permeables a oxígeno. Es importante mencionar que en el caso de la maltodextrina carece de propiedades emulsificantes, dificultando así la retención de sabores.

Es por ello que para mejorar las propiedades de la emulsión se recomiendan algunos emulsificantes, como el uso de proteínas lácteas, goma arábica o almidones modificados. En la presente investigación fue seleccionado el almidón modificado químicamente Capsúl® Ingredion™, debido a que conduce a muy buena retención de volátiles y a la poca presencia de aceite en la superficie de las partículas, así también puede ser utilizado en concentraciones altas de sólidos en comparación con el uso de goma arábica (Jafari *et al.* 2008).

Materiales.
- Vaso de precipitación Uniglas® de 25 ml
- Probeta Laborglas® de 600 ml
- Lápiz
- Libreta
- Almidón modificado Capsúl® Ingredion™
- Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™
- D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA

Equipos.
- Dispersor IKA® T18 basic ULTRA-TURRAX®
- BalanzaOHAUS® Adventurer™
- Agitador magnético IKA® RH Basic 2

Procedimiento. Jafari *et al.* (2007) hacen referencia a preparar la mezcla de material de pared 24 horas antes de su utilización, esto para obtener un completa saturación de los polímeros a utilizar. También menciona la utilización de un 40% de sólidos en la mezcla para pared, utilizando un 30% de maltodextrina y 10% de almidón modificado, para posteriormente agregar D-limoneno en proporción 1:4 (compuesto_interno:Mezcla_Pared). Luego de preparada la sección anterior se procedió a realizar el mezclado a una velocidad máxima de 24,200 rpm al momento de agregar D-limoneno, realizando la mezcla con el rotor Model L2R, Silverson Machines Ltd., London, UK. Para la obtención de microcápsulas indica el uso de temperatura de aire de secado de 180 °C, obteniendo una temperatura de aire de salida de 65 °C.

Para la presente investigación se utilizó 24% (96 g) de maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™, 8% (32 g) de Almidón modificado Capsúl® Ingredion™ y 8% (32 g) de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA, adicionando el resto de agua desmineralizada siendo este último de 60% (240 g), obteniendose un total de 400 gramos de emulsión. La mezcla se inició agregando el 50% del total del agua en un vaso de precipitación Uniglas® (600 ml), luego se adiciona el total de la Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™ y Almidón modificado Capsúl® Ingredion™, para finalmente agregar el resto del agua. Al contar con esta adición de compuestos, se dejó reposar por 24 horas a temperatura ambiente, en un lugar sin la exposición directa al sol. Al dejarlo por 24 horas para crear una saturación completa de los polímeros, inicialmente se realizó un mezclado con agitador magnético IKA® RH Basic 2, creando una mezcla homogénea, para finalmente adicionar el total del D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA junto con el proceso de mezclado con el equipo dispersor Ultra Turrax® IKA® T18 Basic a 7000 rpm por 5 min, según pruebas realizadas preliminarmente.

Caracterización de la emulsión.

Materiales.
- Probeta Laborglas® de 25 ml
- Vaso de precipitación Uniglas® de 600 ml
- Regla de 30 cm
- Lápiz
- Libreta

Equipos.
- Medidor de partículas Mastersizer 2000 Malvern Instruments Ltd. Malvern Reino Unido
- Agitador magnético IKA® RH Basic 2

Procedimiento.

Tamaño de gota y estabilidad cremosa. Para verificar la calidad y algunas de las características que presenta la emulsión, fue analizado el tamaño de gota y la estabilidad de la emulsión, presentando el siguiente proceso:

Tamaño y distribución de gota. El tamaño de distribución de gota se midió mediante el equipo medidor de tamaño de partículas Mastersizer 2000 Malvern Instrument Ltd., Malvern, UK. El cual consiste en un escaneo lumínico, usando difracción laser. Luego la media diamétrica fue calculada, basada en la media diamétrica de la esfera de similar área, presentado por la ecuación 1 (Silva *et al.* 2016).

Ecuación de medias de diámetro superficial: $$\frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2} \qquad [1]$$

Donde d_i representa la media de los diámetros de las gotas de emulsión y n_i el número de gotas.

Índice de cremeabilidad. El índice de cremeabilidad (CI, por sus siglas en inglés), fue evaluado mediante la prueba del cilindro establecido por Silva *et al.* (2015) con unas pequeñas modificaciones en los tiempos de toma de datos. El proceso inició inmediatamente después de realizar el proceso de homogenización, se adicionaron 10 ml de cada emulsión a evaluar a una probeta Laborglas® de 25 ml (con diámetro interno de 1.8 cm y 16.5 cm de altura). El cilindro fue cerrado y almacenado a temperatura ambiente (25 °C), para posteriormente realizar lecturas después de 1, 2, 3, 4, 5 y 24 horas de preparada la emulsión. El cálculo del CI es presentado mediante la ecuación 2.

$$\text{CI (\%)} = \frac{\text{Hc}}{\text{Ht}} \times 100 \qquad [2]$$

Donde H_t representa el total de altura de la emulsión y H_c representa la altura de la capa cremosa después de cumplir el tiempo de medición.

Proceso de micro encapsulación.

Materiales.
- Probeta Laborglas® de 25 ml
- Vaso de precipitación Uniglas® de 600 ml
- Lápiz
- Libreta

Equipos.
- Balanza OHAUS® Adventurer™
- Sensor de humedad y temperatura
- Secador por aspersión LabPlant™ SD-06
- Equipo de computación.

Procedimiento. El proceso de encapsulación se realizó por medio del equipo de secado por aspersión LabPlant™. SD-06 ubicado en el Laboratorio de Innovación de Alimentos de UNICAMP. Para realizar el proceso de encapsulación se utilizó la matriz obtenida, conteniendo la mezcla de Almidón modificado Capsúl® Ingredion™, Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™ y D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA.

El proceso inició con la colocación de 400 gramos de mezcla en un vaso de precipitación Uniglas® de 600 ml, para posteriormente sumergir la manguera de absorción. Este sistema está dotado de una bomba peristáltica que absorbe la mezcla para dirigirla a la cámara principal (cámara de atomización o secado) de 0.5 × 0.215 m, a través de un inyector de diámetro pequeño de 0.5 mm. La mezcla es expulsada por el inyector junto con aire comprimido a 400 kPa para provocar la atomización y así entrar en contacto con el flujo de aire caliente de 30 m3/h, que arrastra el líquido por medio de la evaporación, generando así partículas sólidas para dirigirlas al ciclón y depositarlas en el recipiente colector (Anandharamakrishnan y Padma Ishwarya 2015).

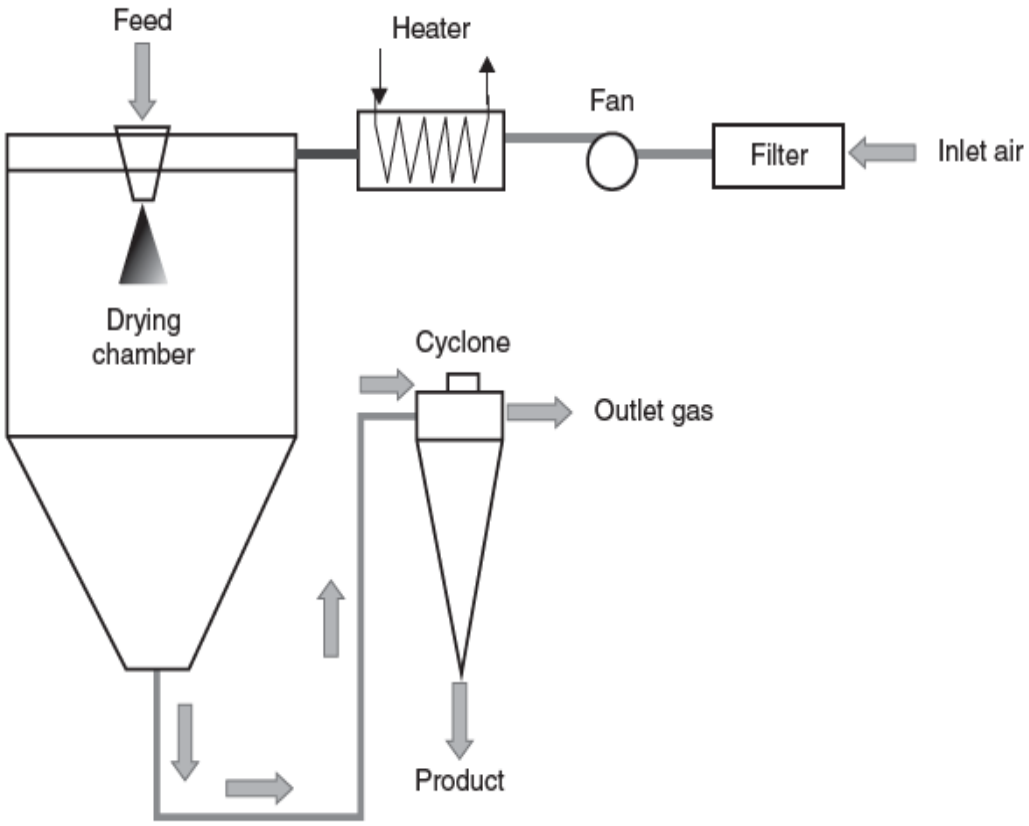


Figura 1. Esquema del ciclo de secado por aspersión. Fuente. Anandharamakrishnan y Padma Ishwarya (2015).

Al tener en funcionamiento el equipo LabPlant™ SD-06, para la primera fase en la bomba peristáltica fueron realizados cambios en las revoluciones por minuto (rpm) para variar el caudal de alimentación hacia el equipo, variando las revoluciones en 10, 15, 20 y 25 rpm,

a una temperatura constante de 180 °C. Para el caso de la segunda fase se tomó el caudal con menor tamaño de partículas y el que aporta el mejor funcionamiento del equipo, combinándolo con distintas temperaturas del aire de secado, siendo de 160 y 200 °C. Al realizar estas variaciones de alimentación, se procedió a realizar el secado de los 400 gramos, así también se midió la masa generada con cada una de las combinaciones de los caudales de alimentación y temperatura. Al realizar estas variaciones en cada uno de los factores, por medio de un sensor se tomaron datos de temperatura y humedad del aire de salida, para determinar la intensidad de cambio en saturación de aire que se tiene con cada uno de ellos en los parámetros anteriormente mencionados.

Caracterización y análisis de las microcápsulas generadas.

Materiales.

- Vasos de precipitación Laborglas® de 500 ml
- Platos petri
- Guantes de nitrilo Kleenguard®
- Tubo cónico Eppendorf® de 50 ml

Equipo.

- Medidor de partículas Mastersizer 2000 Malvern Instruments Ltd. Malvern Reino Unido
- Estufa al vacío Tecnal® TE-395
- Balanza analítica Radway® wagi Elektroniczne
- Centrífuga Excelsa Baby II Modelo 206-R
- Agitador magnético IKA® RH Basic 2
- Estufa Nova Tecnica® NT513

Rendimiento de producción. Al contar con las cápsulas generadas se procedió a realizar las respectivas evaluaciones, obteniendo el rendimiento en base a la cantidad de sólidos presentes en la emulsión utilizada. Lo cual para realizar el cálculo se utilizó la ecuación 3.

$$\text{Rendimiento de producción: } \frac{microparticulas\ generada\ (g)}{Cantidad\ de\ solidos\ en\ la\ mezcla\ utilizada\ (g)} \times 100 \qquad [3]$$

Solubilidad. Para la solubilidad de las microcápsulas, se pesó y agregó 1.0 g de partículas en 25 ml de agua destilada. Mientras es adicionado el polvo al agua, este se encuentra en agitación a baja velocidad por medio de un agitador magnético IKA® RH Basic 2, al agregar el total de micropartículas fue aumentada la velocidad del agitador magnético, para realizar la mezcla por dos minutos. Al obtener la mezcla, el material fue transferido a un tubo cónico Eppendorf® de 50 ml y centrifugado a 760 g (2790 rpm) mediante el equipo de centrífuga “Excelsa Baby II Modelo 206-R”. Se extrajo una alícuota de 20 ml de sobrenadante para ser transferido a platos petri, para finalmente realizar el secado a 105 °C en la estufa Nova Tecnica® NT513 por cuatro horas (Fernandes *et al.* 2016).

Tamaño de partículas. Por medio del equipo medidor de partículas Mastersizer 2000 Malvern Instruments Ltd. Malvern Reino Unido, se midió el tamaño de partículas de las microcápsulas generadas. Siendo denominada como D_{43}. La medición fue determina mediante la técnica de dispersión de luz, utilizando difracción láser, por medio del método seco. Para este método mediante el equipo utilizado se ajustó el nivel de obscuración mediante la velocidad de vibración del plato de la tolva (0-100%), como también la presión del dispersor (0-58.0151 psi) dependiendo del tamaño de las partículas, siendo estas finas, gruesas o aglomerados. Estas partículas son dispersadas mediante aire a presión. El cálculo se determina mediante la media del diámetro, basada en la media del diámetro por una esfera del mismo volumen, presentada en la ecuación 4.

$$D_{4,3}= \frac{\sum n_i D_i^4}{\sum n_i D_i^3} \qquad [4]$$

Donde d_i representa la media del diámetro de partículas y n_i representa el número de partículas.

Análisis de contenido de humedad. Para la medición de humedad se utilizó el método oficial AOAC 926.12**,** esta técnica se basa en el principio de desecado del alimento por medio de vacío, colocando cinco gramos de microcápsulas en crisol, posteriormente de realizar secado a los crisoles. El secado de las muestras se realizará por 12 horas, realizado a una presión de 13.3 kPa, mediante la estufa al vacío Tecnal® TE-395. Luego de realizar el proceso anteriormente mencionado, se procederá a realizar el cálculo de porcentaje de humedad mediante la ecuación 5.

$$\text{Humedad (\%)}= \frac{(peso\ de\ crisol+muestra\ humeda)-(peso\ de\ crisol+muestra\ seca)}{peso\ de\ crisol+muestra\ humeda} \times 100 \qquad [5]$$

Análisis estadístico. Se realizó un Análisis de Varianza, con una separación de medias Tukey con un nivel de probabilidad de un 95%, utilizando el programa SAS® versión 9.4, para el análisis de los resultados obtenidos con respecto al porcentaje de humedad de las microcápsulas, solubilidad, temperatura del aire de salida, tamaño medio de las partículas, eficiencia del equipo y cantidad de agua removida. En la evaluación para la fase uno fue utilizado un arreglo factorial de 4×1 y para la fase dos fue utilizado un arreglo factorial de 2×1, realizando cada experimento con tres repeticiones, siendo ambos un diseño completamente al azar. Pudiendo verificar si existe variación estadística entre cada una de las combinaciones de temperatura de secado y caudal de alimentación.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Resultados de caracterización de emulsión.
Después de realizado el proceso de elaboración de la emulsión con las cantidades ya establecidas en la metodología, se procedió a realizar la caracterización mediante la elaboración de la estabilidad cremosa, como también el tamaño de distribución de gota. Siendo presentados a continuación.

Índice de cremeabilidad (IC). En el Cuadro 2 se presentan datos de la estabilidad de cremeabilidad, tomando las lecturas luego de preparada la emulsión a la 1, 2, 3, 4, 5 y 24 horas. Los datos son presentados como porcentaje de cremeabilidad por cada una de las repeticiones realizadas.

Cuadro 2. Índice de cremeabilidad (%) en los distintos tiempos (horas).

	Probeta (repeticiones)		
Hora de toma de datos	**1**	**2**	**3**
1	0	0	0
2	0	0	0
3	0	0	0
4	0	0	0
5	0	0	0
24	0	0	0

Como se muestra en el cuadro anterior, la estabilidad en el transcurso del tiempo fue estable debido a que no se presentó separación de fases, observándose la ausencia de D-limoneno en la superficie de la emulsión, dando así un cero por ciento en CI. Lo anterior denota un adecuado funcionamiento de la emulsión, debido a que en el trascurso del tiempo el óleo D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA se mantienen dentro de la matriz.

McClements (2016) menciona que la separación de fases de la emulsión es ocasionada debido a la presencia de gotas de baja densidad, interviniendo así la fuerza neta del líquido que la rodea para ser movidas hacia arriba, causando lo que se conoce como cremeabilidad. Menciona también que las dos funciones principales de un agente emulsificador es la disminución de la tensión interfacial entre las fases de aceite y agua, como también la formación de una capa protectora para evitar la fusión entre sí de las gotitas. La ausencia de una fase acuosa en la superficie de la emulsión da como resultado un adecuado trabajo del emulsificador.

Al observar estos resultados se determina que para la realización del proceso de secado a 10 rpm que dio el menor caudal (7.65 g/min), se necesitaron alrededor de 53 minutos con 35 segundos, lo cual denota que no se presentará problema alguno en la separación de la emulsión, mientras el proceso de secado se encuentra en funcionamiento. El proceso de secado puede demorar más tiempo luego de preparada la emulsión, ya que como se observa luego de transcurridas las 24 horas no se presenta separación de fases. Es importante tener en consideración las cantidades de sólidos y compuestos utilizados en la preparación de la emulsión, como también considerar el tiempo de mezclado y la velocidad utilizada según la metodología descrita anteriormente.

Tamaño y distribución de gota. En la figura 2 se observan que en el eje horizontal de la siguiente gráfica se presenta el diámetro en micrómetros (en escala logarítmica) y en el eje vertical, el porcentaje de distribución de cada uno de los tamaños de las gotas de emulsiones simples, siendo del tipo aceite en agua.

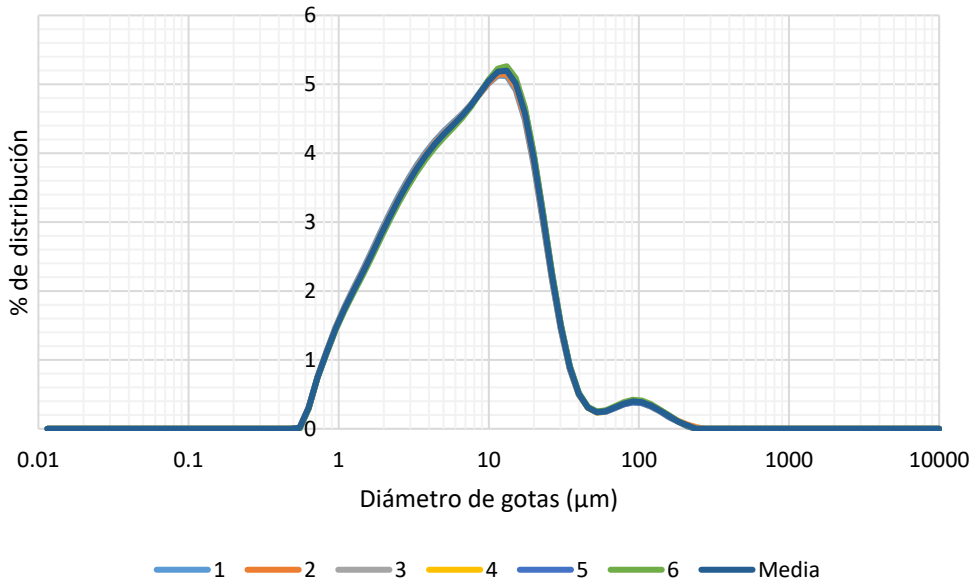


Figura 2. Tamaño y distribución de gotas de emulsión.

Como se observa en la gráfica anterior, se presentan curvas de distribución de tamaño bimodal, presentando dos picos con la predominancia del tamaño que comprende un rango de 0.5 y los 52.5 µm y con la presencia de un menor pico entre 52.5 y 200 µm, presentando así también una media de diámetro superficial ($D_{3,2}$) de 3.699 µm. Tonon (2009) que realizó la evaluación de distintos materiales de pared para la encapsulación de aceite de linaza por medio de secado por aspersión. Evaluaron el uso de goma arábica, proteína concentrada de suero y almidón modificado; este autor presenta que, para el caso del almidón modificado utilizado para la preparación de la emulsión, fue combinado con el aceite de linaza en los porcentajes de 10, 20, 30 y 40% del total de sólidos, siendo los sólidos un total de 30% (aceite + almidón modificado). Estos autores indican que con el aumento en la adición de

aceite se ve un incremento en el rango de tamaño de las gotas. En el caso de la utilización del 20% de aceite en comparación con el 20% utilizado del total de sólidos, en la presente investigación se observa un menor tamaño en la distribución de las gotas, presentando rangos de tamaño entre 0.6 y 9 μm en comparación con los 0.5 a 52.5 μm en la emulsión de aceite esencial de naranja.

El cambio en la distribución de los tamaños radica principalmente en las revoluciones utilizadas para realizar la emulsión, debido a que fue utilizado el mismo equipo como mezclador y homogeneizador. Las revoluciones y tiempos utilizados por Tonon (2009) fueron de 15500 rpm por 5 min, en comparación con las 7000 rpm por 5 min utilizadas en el presente informe, ya que las revoluciones de mezclado cambian el tamaño y distribución de las partículas. Según McClements (2016) el tamaño de gota disminuye con el aumento en la velocidad de rotación del cabezal de mezcla del homogeneizador y con el aumento del tiempo de agitación. En este estudio fue utilizado el mismo tiempo de agitación, a una velocidad de rotación menor, influyendo directamente en el cizallamiento de la mezcla por la combinación de gradientes de velocidad longitudinal y radial, interrumpiendo así en las interfaces entre la fase del aceite y agua.

En el caso de la estabilidad de la emulsión, Espinosa y García **(**2017), establecieron que el cremado del tipo aceite en agua ocurre por dos efectos principales, siendo el primero una diferencia de densidades de las fases y el segundo por el tamaño de glóbulos de aceite, resultando el proceso de cremado cuando el diámetro de estos glóbulos supera los 200 μm. En la Figura 2 se puede apreciar que el tamaño de las gotas no supera los 200 μm, por lo que contar con este tamaño máximo no afectó la cremeabilidad de la emulsión, apoyando así los datos presentados anteriormente respecto al porcentaje de índice de cremeabilidad (Cuadro 2).

Caudal de bomba peristáltica del equipo LabPlant™ SD-06.

Para verificar si existe diferencia estadística entra cada uno de los cambios realizados en la bomba peristáltica, se realizó una separación de medias Tukey con un 95% de significancia, (Cuadro 3).

Cuadro 3. Caudales de alimentación con distintas revoluciones de bomba peristáltica.

Tratamientos (rpm)	Caudal (g/min)
10	7.65 ± 0.136^{d}
15	11.33 ± 0.578^{c}
20	14.91 ± 0.418^{b}
25	18.80 ± 0.215^{a}
CV	2.98

[abcd] Letras diferentes entre columna indican diferencia significativa entre tratamientos($P<0.05$).

Al realizar el proceso de secado, se realizó el conteo del tiempo necesario para la adición de 400 g de la emulsión a la cámara de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06. Al haber realizado esto se determinó el caudal agregado en gramos por minutos, lo cual se observa que con el cambio de las revoluciones de la bomba peristáltica se obtienen 7.65 g/min, 11.89 g/min, 14.91 g/min y 18.8 g/min para 10, 15, 20 y 25 rpm respectivamente. Existe una diferencia estadística (Cuadro 3) entre cada uno de los cambios realizados en la bomba peristáltica, presentando efectivo el cambio de revoluciones para contar con una diferencia en el caudal generado de emulsión.

Resultados de fase 1.

En la primera fase fue utilizada una temperatura de secado de 180 °C para la microencapsulación de D-limoneno tal como lo presenta Jafari *et al.* (2007), con la variante de realizar cambios en los caudales de alimentación del equipo, para así verificar si existe variación en las microcápsulas generadas y en rendimiento del equipo de secado**,** presentándose a continuación.

Caracterización física de partículas. Con el propósito de verificar si existe variación entre las características de las microcápsulas debido a las distintas velocidades de la bomba peristáltica y caudal de alimentación de emulsión, se presentan los datos obtenidos del porcentaje de humedad y de solubilidad de las mismas. Sin embargo, no se presentó una diferencia significativa en los resultados (Cuadro 4).

Cuadro 4. Porcentaje de humedad y solubilidad de microcápsulas con modificaciones en caudal de alimentación (g/min).

Temperatura de secado (°C)	Revoluciones(rpm)	Caudal (g/min)	Humedad (%) (NS)	Solubilidad (%) (NS)
180	10	7.65	0.7919 ± 0.84	76.48 ± 4.07
180	15	11.33	1.2592 ± 0.34	71.11 ± 2.46
180	20	14.91	1.9878 ± 0.55	68.91 ± 0.30
180	25	18.80	1.9011 ± 0.97	78.96 ± 10.72
CV			53.94	8.00

[NS] No presenta diferencia significativa entre tratamientos (P>0.05).

Porcentaje de humedad. En el caso del porcentaje de humedad en las microcápsulas generadas, no se observa diferencia estadística, notando un intervalo de humedad desde 0.79 hasta 1.99%. Para el caso del coeficiente de variación presentado, se puede determinar que no se controló alguna variable del experimento, modificando la distribución de los valores obtenidos por este parámetro, siendo así necesaria la determinación del posible parámetro que afecto. Sin embargo, los porcentajes que se obtuvieron, son aceptables para evitar del desarrollo de microorganismos que puedan afectar características del producto. Según Bringas *et al.* (2011)**,** indican que para la encapsulación de aceite esencial de mandarina y con modificaciones de temperatura de aire de secado de 160, 180 y 200 °C se observan rangos de humedad de micropartículas que van desde 1.96 a 2.54%. Cai y Corke

(2000), determinaron que con el aumento en la temperatura de secado causa la disminución en el contenido de humedad del polvo. De la misma manera Tonon (2009)**,** indica que en relación a la temperatura del aire de secado y el caudal másico de la mezcla, la temperatura del aire de secado es el factor más relevante en la determinación de la humedad final del producto.

Solubilidad. Como se observa en el cuadro anterior no se obtuvo diferencia significativa entre los tratamientos con variación de caudal en la solubilidad de las micro cápsulas. Las solubilidades encontradas en la presente investigación se encuentran entre 68.908 y 78.958%. Según Sanchez (2016), los índices de solubilidad en maltodextrina 10 DE, son mayores que los índices de solubilidad de almidón modificado para la micro encapsulación de aceite de cacao, siendo estos índices de 78.45 y 74.85% respectivamente. Encontrándose estos últimos citados como cercanos a los encontrados en la presente investigación.

Tamaño y distribución de partículas a 180 °C con diferentes velocidades de alimentación de bomba peristáltica. El tamaño de las partículas en la figura 3 es presentado en el eje "X" como tamaño en µm, utilizando una escala logarítmica y en el caso del eje "Y" es presentada la distribución del tamaño de partículas en porcentaje. Se presenta cada una de las distribuciones en tamaño con las variaciones realizadas en el caudal de alimentación, mediante el cambio de las revoluciones de la bomba peristáltica del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06.

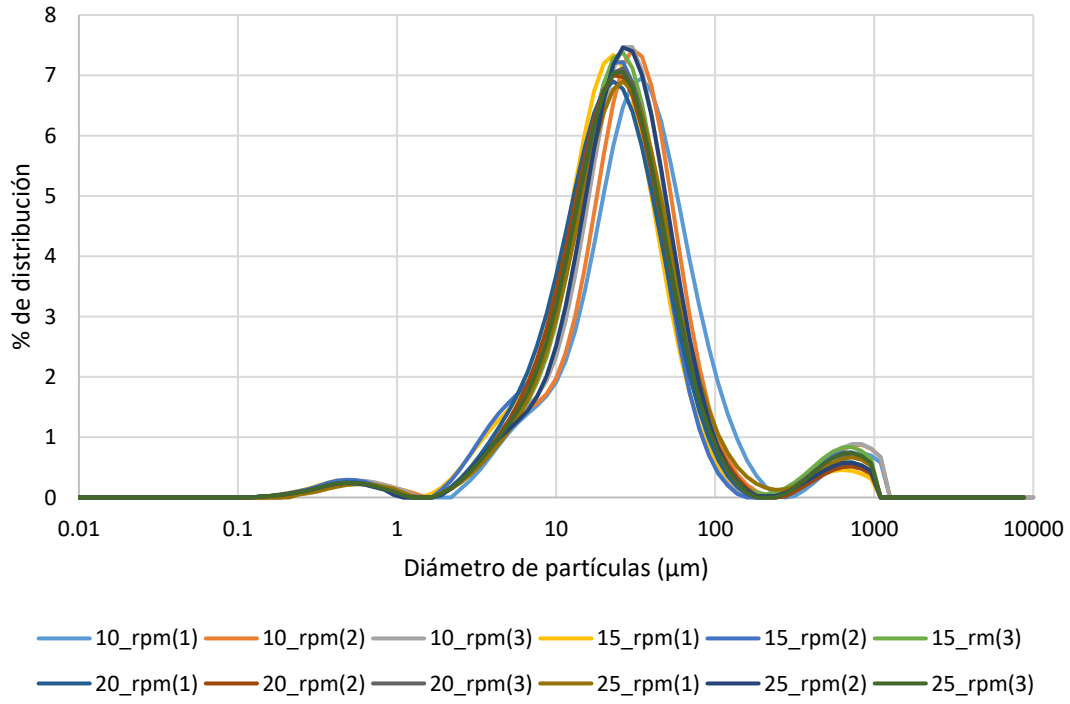


Figura 3. Tamaño de partículas en micrómetros a 180 °C con diferentes caudales de alimentación.

En la Figura 3 se observa un comportamiento bimodal con una distribución desde los 2 hasta los 1090 μm, contando con un pico de mayor predominancia entre los 2 y 180 μm de tamaño, lo cual da como resultado una igual distribución de tamaños con la modificación de los caudales de alimentación de la emulsión. Sin embargo, es de suma importancia considerar la completa distribución de las partículas, según Tonon (2009)**,** el tamaño de las partículas nos puede predecir solubilidad o instantaneidad de las micropartículas generadas, esto debido a que con la elevada presencia de micropartículas de menor tamaño al pico principal, puede disminuir la instantaneidad por la fácil penetración de las partículas en los espacios presentes entre los espacios de las partículas mayores, evitando así el ingreso de agua. En el caso de la gráfica anterior se nota una distribución mayor con partículas de mayor tamaño, pudiendo atribuirse a la aglomeración de ellas que puede dar como resultado la formación de partículas mayores.

Auriou (2003) indica que el tamaño de las partículas es de suma importancia para la sensación en la lengua del consumidor, indicando que los valores en micrómetros pueden rondar de los 10 a 100 μm, siendo preferible la presencia de una media del tamaño de las partículas menor a 50 μm. Por otra parte, al observar el comportamiento de la distribución del tamaño de las partículas, es necesario visualizar el tamaño medio de las esferas, determinadas con el diámetro medio de una esfera del mismo volumen, (Cuadro 5).

Cuadro 5. Tamaño medio de partículas $D_{4,3}$ (μm) a distintos caudales de alimentación.

Temperatura de secado (°C)	**Revoluciones(rpm)**	**Caudal (g/min)**	**Tamaño medio de partículas $D_{4,3}$ (μm)**
180	10	7.65	67.542 ± 0.989^{a}
180	15	11.33	63.193 ± 3.584^{a}
180	20	14.91	55.956 ± 5.073^{b}
180	25	18.80	61.414 ± 1.163^{a}
CV			4.44

[abcd] Letras diferentes entre cada columna indican diferencia significativa ($P<0.05$)

Existe una diferencia estadística en el tamaño medio de las partículas, observando un menor tamaño en las partículas generadas a 20 rpm (14.91 g/min de alimentación de emulsión). Por otra parte, en los caudales de alimentación de 7.65, 11.33 y 18.80 g/min pertenecientes a 10, 15 y 25 rpm, no se presenta diferencia estadística. Sanchez (2016) reporta que a mayor temperatura de secado, se observa un incremento en el tamaño medio de las partículas. Lo descrito anteriormente también se puede observar con los cambios en el caudal de alimentación de la emulsión debido que al disminuir la cantidad de emulsión a secar se presenta una mayor transferencia de calor dentro de la cámara de secado (Tonon 2009). Es decir, el aumento de la transferencia de calor produce un rápido secado del material de pared, dejando una leve cantidad de agua internamente, la cual, al ser liberada durante el secado, produce la hinchazón de las partículas.

En el caso de los cambios de caudal de alimentación, Kurozawa (2009) indica que el cambio de caudales da como resultado un efecto cuadrático, es decir, que con el aumento del caudal llega a un punto máximo del diámetro de partículas. Indicando que, un aumento de caudal hasta de 0.32 g/min presenta los mayores tamaños y con caudales superiores a ello ocurre una disminución en el tamaño de partículas. El caso de la presente investigación se puede determinar que, con menores caudales de alimentación, la presión del aire en la boquilla aumenta, dispersando con mayor presión la emulsión hasta adherirse a las paredes de la cámara de secado, al tiempo que incrementa el tamaño de las partículas. Al llegar a un caudal de 14.91 g/min se ve una reducción de material adherido a las paredes que da como resultado un menor diámetro. En el caso del caudal máximo utilizado se ve un aumento del tamaño de partículas ya que el flujo de aire disminuye por la alta carga de emulsión hasta llegar a saturarse, llegando de nuevo a adherir las partículas a la cámara de secado.

Evaluación de desempeño del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06. El Cuadro 6 presenta los resultados obtenidos del rendimiento de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con el cambio de caudales de alimentación de emulsión, a una misma temperatura del aire de secado.

Cuadro 6. Rendimientos de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con distintos caudales de alimentación.

Temperatura de secado (°C)	Revoluciones(rpm)	Caudal (g/min)	Rendimiento Base Solidos (NS)
180	10	7.65	55.700 ± 6.35
180	15	11.33	48.914 ± 9.70
180	20	14.91	49.056 ± 9.90
180	25	18.80	32.066 ± 13.56
CV			25.24

[NS] No presenta diferencia significativa entre tratamientos (P>0.05).

En el cuadro anterior se observa que el rendimiento de secado en base a sólidos utilizando distintos caudales de alimentación, no presenta una diferencia estadística (P>0.05). Los cambios realizados en los caudales de alimentación, no representan cambios significativos en el rendimiento de formación de microcápsulas. En el caso del máximo caudal utilizado, se tiene un rendimiento del 32.066%, es decir que, de 100 gramos de sólidos totales adicionados al equipo para la generación de partículas, dará como resultado una generación de 32.07 gramos. Los valores como media presentan una diferencia, pero debido a la alta variabilidad de los resultados dentro de las repeticiones, estos valores no fueron suficientes para demostrar una diferencia estadística, por lo que es importante verificar el funcionamiento del equipo y poder controlar así estas variaciones dadas en el proceso.

Capacidad de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 en fase 1. En el cuadro 7 se presentan los resultados obtenidos de las condiciones de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06, por cada una de las variaciones realizadas en los caudales de alimentación de emulsión. Para cada una de las variables realizadas se

utilizó la misma temperatura de secado (temperatura de entrada), obteniendo así datos de la temperatura del aire de salida, medidas mediante un sensor a cada cinco segundos, así también fue necesario contar con datos meteorológicos, los cuales fueron solicitados a CEPAGRI (Centro de investigaciones Meteorológicas y Climáticas Aplicadas a la Agricultura, por sus siglas en portugués).

Cuadro 7. Condiciones de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con modificaciones en el caudal de alimentación.

T aire de secado (°C)	Rpm	Caudal (g/min)	T °C aire de salida	Capacidad de secado (%)	Agua removida (Kg/hora)
180	10	7.65	87.896 ± 0.82^{a}	62.678 ± 0.43^{b}	1.0464 ± 0.013^{b}
180	15	11.34	81.337 ± 2.78^{b}	71.206 ± 3.78^{a}	1.1670 ± 0.055^{a}
180	20	14.91	78.197 ± 0.45^{b}	74.293 ± 1.08^{a}	1.2090 ± 0.014^{a}
180	25	18.51	78.549 ± 1.60^{b}	74.798 ± 1.69^{a}	1.2099 ± 0.027^{a}
	C.V.		2.32	3.21	2.92

[abcd] Letras diferentes entre cada columna indican diferencia significativa ($P<0.05$).

En el Cuadro 7 mediante la agrupación Tukey para el caso de la temperatura del aire de salida, se observa una mayor temperatura a 10 rpm (7.65 g/min de emulsión) de la bomba peristáltica, siendo esta estadísticamente distinta a las otras temperaturas obtenidas a las 15, 20 y 25 rpm con caudales de 11.34, 14.91 y 18.51 g/min respectivamente. Bringas *et al.* (2011) realizaron estudios para la encapsulación de oleo de mandarina con el uso de maltodextrina 20DE, mencionan que los parámetros que modifican la temperatura del aire de salida, son la realización de cambios de temperatura del aire de secado y el caudal de alimentación de emulsión, lo cual, como se observa en el cuadro anterior el uso del menor caudal de alimentación presenta una diferencia estadística con los otros caudales utilizados en relación a la temperatura de salida.

Para el caso de la capacidad de secado del equipo LabPlant™ SD-06 es importante mencionar que el máximo caudal utilizado de 18.51 g/min de emulsión, presentó alrededor del 6.23% de emulsión sin secar, siendo este recolectado en el recipiente en la parte inferior de la cámara de secado (Anexo 4). Lo cual nos dice que a este caudal de alimentación se tiene una ineficiencia del equipo, ya que se obtienen perdida del líquido de interés a encapsular. Este caudal da como un máximo de capacidad de secado de $74.798 \pm 1.69\%$, obteniéndolo mediante la división de la remoción real entre la remoción ideal de agua. La capacidad real es la capacidad máxima de agua que soportó remover el aire y la capacidad ideal es la capacidad máxima que soporta teóricamente remover de agua el aire. Es por ello que con el uso de un caudal de alimentación de 14.91 g/min no se obtiene la recolección de emulsión sin secar en el recipiente ubicado bajo la cámara de secado, dando una eficiencia de secado de $74.293 \pm 1.08\%$, lo cual se observa que este caudal es el máximo que soporta secar a la temperatura de 180 °C.

Los caudales de alimentación de 11.34, 14.91 y 18.51 g/min de emulsión, correspondientes a las 15, 20 y 25 rpm respectivamente no presentan diferencia estadística entre sí, en lo que respecta a la capacidad de secado, temperatura del aire de salida y cantidad de agua removida. Por otro lado, en el caso del mínimo caudal de alimentación utilizado a 10 rpm correspondiente a 7.65 g/min de emulsión no llega a la máxima capacidad de secado del equipo, dando como resultado una capacidad de 62.678 ± 0.43%, siendo estadísticamente diferente e inferior a los otros tratamientos. De la misma manera da la menor cantidad de agua removida por hora siendo de 1.0464 ± 0.013 kg agua/h y dando una mayor temperatura del aire de salida de 87.896 ± 0.82 °C, siendo estadísticamente mayor a los demás tratamientos.

Resultados de fase 2.

Al realizar la fase 1, se continuo con la evaluación de la presente fase con cambios en la temperatura de secado de ± 20 °C a la temperatura utilizada anteriormente (180 °C), tomando como caudal de alimentación de 14.91 g/min correspondiente a 20 rpm de la bomba peristáltica, este caudal fue seleccionado debido a que en la fase anterior presenta la mayor capacidad de remoción de agua y el menor tamaño medio de partículas ($D_{4,3}$) sin provocar el gateamiento de emulsión en la cámara de secado.

Caracterización física de partículas. En el Cuadro 8, se presentan los resultados obtenidos del rendimiento de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con el cambio de temperatura del aire de secado a un caudal de alimentación de emulsión constante.

Cuadro 8. Porcentaje de humedad y solubilidad con cambios en temperatura de secado.

Temperatura de aire de secado (°C)	Revoluciones (rpm)	Caudal (g/min)	Humedad (%)(NS)	Solubilidad (%)(NS)
160	20	14.91	3.893±2.17	63.33±0.15
200	20	14.91	0.784±0.12	63.43±4.92
CV			69.04	5.59

[NS] No presenta diferencia significativa entre tratamientos (P>0.05)

En el caso de la humedad presentada por las micropartículas generadas, se observa que no presentan diferencia estadística, notando un rango de temperaturas desde 0.78 a 3.89%, dando una humedad relativamente baja que evitará el desarrollo de microorganismos y distintos factores que puedan afectar las características de las micropartículas. De la misma manera es importante visualizar que este parámetro evaluado presenta un coeficiente de variación elevado, por lo que representa que alguna de las variables del experimento no fueron manejadas adecuadamente. Para este caso es importante verificar cual pudo ser la causa de su variación, a esto se le puede atribuir algún parámetro de funcionamiento del equipo que varió durante el proceso de secado. De la misma manera para el porcentaje de solubilidad no representa diferencia estadística con los cambios en temperatura, como

también es importante mencionar que los valores obtenidos en esta fase se encuentran cercanos a los obtenidos en la fase No. 1, determinando un funcionamiento similar en las dos fases.

Tamaño y distribución de partículas a 160 y 200 °C con velocidad constante de alimentación de bomba peristáltica. El tamaño de las partículas en la figura 4 es presentado en el eje "X" como tamaño en µm, utilizando una escala logarítmica, y en el caso del eje "Y" es presentada la distribución del tamaño de partículas en porcentaje. Principalmente en la gráfica se observa un comportamiento trimodal alrededor de los 0.2 y 1400 µm de tamaño, siendo mayormente predominante el tamaño alrededor de 30 µm en el pico más grande.

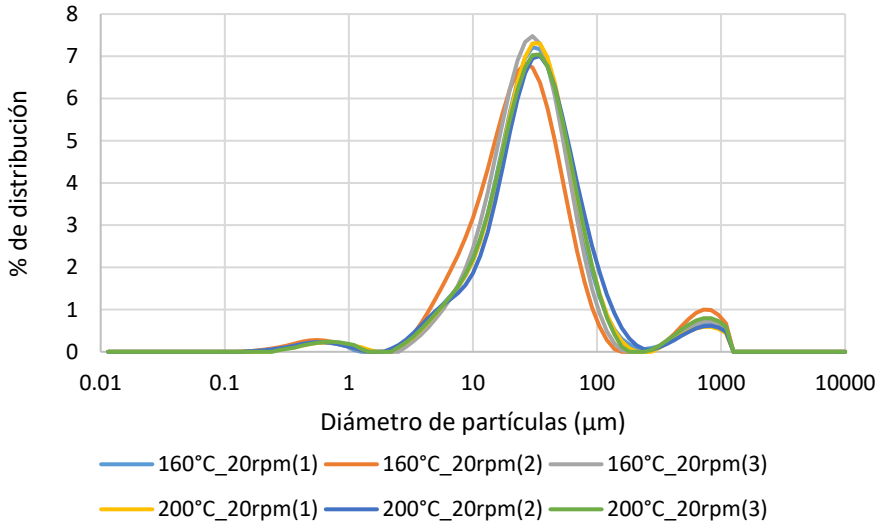


Figura 4. Tamaño de partículas en micrómetros, con cambios en temperatura de secado.

En la figura 4 se observa una distribución del tamaño de partículas muy similar con las diferentes temperaturas de aire de secado, siendo estas temperaturas de 160 y 200 °C, con la utilización de un mismo caudal de alimentación de 14.91 ± 0.418 g/min de emulsión, correspondiente a 20 rpm de velocidad de la bomba peristáltica. La distribución del tamaño de partículas del pico más grande se encuentra entre 2 a 110 µm, teniendo también al lado derecho de la gráfica el pico entre los 275 a 1400 µm y al lado izquierdo el pico entre los 0.02 a 2 µm. Tonon (2009) indica que con la distribución del tamaño de las partículas se puede predecir su solubilidad. Tomando en cuenta esto, se puede observar que a los lados del pico más grande se tiene la mayor cantidad de partículas de mayor diámetro, por lo que esto no afectará como el caso de las de menor tamaño al colocarse dentro de los espacios porosos de las partículas. Sin embargo, es importante considerar las partículas de mayor tamaño ya que indica aglomeración de micropartículas.

De la misma manera que en la fase anterior, en el Cuadro 9 se presenta el tamaño medio de las partículas $D_{4,3}$ presentadas en micrómetros. Se determina que no existe diferencia

estadística en el tamaño medio de las partículas, teniendo tamaños que van desde 63.20 a 64.18 μm. Por lo cual, la temperatura del aire de secado no influenció en el tamaño medio de las partículas. Observando resultados diferentes a los determinados por Tonon (2009) y Kurozawa (2009) que reportaron un mayor tamaño de partículas con el aumento de temperatura de secado, atribuyendo este comportamiento a que con mayores temperaturas se realiza un secado más rápido del material de pared. Lo cual se puede atribuir que las propiedades reológicas de la emulsión pudieron afectar este comportamiento.

Cuadro 9. Tamaño medio de partículas $D_{4,3}$ en micrómetros, con modificaciones en la temperatura del aire de secado.

Temperatura de aire de secado (°C)	**Revoluciones (rpm)**	**Caudal (g/min)**	**Tamaño medio de partículas $D_{4,3}$ (μm)(NS)**
160	20	14.91	64.177 ± 4.00
200	20	14.91	63.205 ± 4.33
CV			7.12

[NS] No presenta diferencia significativa entre tratamientos (P>0.05)

Evaluación de desempeño del equipo de secado por aspersión LabPlant SD-06. En el Cuadro 10 se presentan los resultados obtenidos del rendimiento de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con el cambio de temperaturas del aire de secado, manteniendo constante el caudal de alimentación de emulsión, en el cual se observa una clara diferencia estadística en los rendimientos de proceso al realizar los cambios de temperatura a caudal constante. La utilización de mayor temperatura en el aire de secado manteniendo constante el caudal de alimentación de 14.91 ± 0.418 g/min de emulsión, (correspondiente a 20 rpm en la bomba peristáltica del equipo), rinde una mayor cantidad de partículas en el colector del equipo.

Cuadro 10. Rendimientos de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con distintas temperaturas del aire de secado.

Temperatura de aire de secado (°C)	**Revoluciones (rpm)**	**Caudal (g/min)**	**Rendimiento Base Sólidos**
160	20	14.91	30.399 ± 1.48^{b}
200	20	14.91	38.005 ± 1.01^{a}
CV			4.75

[abcd] Letras diferentes entre cada columna indican diferencia significativa (P<0.05)

Según Tonon (2009), la temperatura es un factor importante en la determinación de los rendimientos de secado, mencionando que se presenta un efecto positivo (directamente proporcional) en el rendimiento; es decir a mayor temperatura de secado se tiene un mayor rendimiento. En la presente investigación se determina el mismo efecto, ya que el cambio de 160 a 200 °C presentó rendimientos de 30.399 ± 1.48% y 38.005 ± 1.01%, respectivamente. Este comportamiento se debe a que con los cambios de temperatura se

logra una mejor transferencia de calor dentro de la cámara de secado, evitando el goteo y la adherencia de la emulsión a las paredes del equipo, aumentando así su eficiencia.

Capacidad de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 en fase 2. En el cuadro 11 se presentan los resultados obtenidos de las condiciones de secado del equipo de secado por aspersión, LabPlant™ SD-06 para cada una de las temperaturas de secado utilizadas. Como se observa para cada una de las temperaturas de secado establecidas, se utilizó el mismo caudal de alimentación (rpm de bomba peristáltica), obteniendo así datos de la temperatura y humedad relativa del aire de salida, medidas mediante un sensor a cada cinco segundos.

Cuadro 11. Condiciones de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06 con modificaciones en temperaturas del aire de secado.

T °C aire de entrada de secado	rpm	Caudal (g/min)	T °C aire de salida	Capacidad de secado (%)	Agua removida (Kg/hora)
160	20	14.91	78.87 ± 2.04^{b}	67.68 ± 2.39^{a}	0.9916 ± 0.029^{b}
200	20	14.91	91.72 ± 0.47^{a}	67.87 ± 1.28^{a}	1.2972 ± 0.022^{a}
	CV		2.00	3.83	3.07

[abcd] Letras diferentes entre cada columna indican diferencia significativa ($P<0.05$).

En el cuadro 11 se observan diferencias estadísticas en la temperatura del aire de salida y la cantidad de agua removida. Para el caso de la temperatura del aire de salida se observa la mayor temperatura con el uso de la temperatura de secado de 200 °C, siendo este de 91.72 ± 0.47 °C, caso contrario se observa con la temperatura de secado de 160 °C que presenta la menor temperatura del aire de salida, siendo este de 78.87 ± 2.04 °C. Bringas *et al.* (2011) en la encapsulación de aceite de mandarina con el uso de maltodextrina 20 DE, mencionan que los parámetros que modifican la temperatura del aire de salida son la temperatura del aire de secado y el caudal de alimentación de la emulsión. En la fase anterior se logró demostrar que con el cambio de caudal de alimentación se presenta variación de temperatura del aire de salida y para esta fase con el uso de dos temperaturas de secado se determina una variación en la temperatura del aire de salida.

En el caso de la determinación de la capacidad de secado del equipo de secado por aspersión LabPlant™ SD-06, no se observó variación estadística con el cambio en la temperatura del aire de secado. Los valores de la capacidad de secado son de 67.68 ± 2.39 y 67.87 ± 1.28% para las temperaturas de 160 y 200 °C, respectivamente en la fase dos. Para un mayor entendimiento del porque no existe diferencia estadística de la capacidad de secado con el cambio de temperaturas de secado. Es necesario relacionarlo con la cantidad de agua removida, ya que para la temperatura de secado de 200 °C presenta la mayor cantidad de agua removida, siendo de 1.2972 ± 0.022 kg/hr y en el caso del uso de 160 °C presenta 0.9916 ± 0.029 kg/hr. Notando que el uso de una mayor temperatura de secado, el aire llega a tener mayor capacidad de remoción de agua antes de llegar a su punto de saturación.

Observándose así una diferencia significativa en la cantidad de agua removida sin llegar a su punto de saturación, ya que no se observó goteo de emulsión en el colector ubicado bajo la cama de secado.

Al relacionar los datos obtenidos de capacidad de secado con el tamaño medio de las partículas, se observó que ambos no presentan diferencia estadística. Así también se puede intuir que la capacidad de secado del equipo, puede de cierto modo determinar el tamaño de las micropartículas. Esto debido a que en la primera fase de la investigación al contar con capacidad de secado de 71.206% da como resultado un tamaño medio de 63.19 μm y para el caso de la segunda fase con capacidades de secado de 67.68 y 67.87%, presenta tamaños medios de micropartículas de 64.177 y 63.205 μm. Determinando que, con las capacidades de secado próximas, se obtiene una similar transferencia de calor dentro de la cámara de secado.

Al verificar los datos obtenidos por cada una de las fases, se observó que la humedad de las partículas y la solubilidad de las mismas no fue encontrada una diferencia estadística para ambas fases. Para el caso de la humedad de las micropartículas, es notoria la variación entre los datos obtenidos debido a que se obtuvo un coeficiente de variación alto, por lo cual alguno de los parámetros influenció en esta variación. Sin embargo, los porcentajes de humedad obtenidos son relativamente bajos (menores a 3.893%), por lo que se puede evitar la incidencia de microorganismos o algún tipo de reacción al encontrarse en condiciones adecuadas de almacenamiento. Según Anandharamakrishnan y Padma Ishwarya (2015) es importante el tomar en consideración la emulsión utilizada para el secado mediante aspersión, debido a que si se tienen concentraciones elevadas de sólidos, este puede influenciar en el aumento de aglomeración de partículas y la adhesión elevada de emulsión en las paredes de la cámara de secado. Apareciendo así irregularidades en el porcentaje de agua, forma, tamaño de las partículas, en el rendimiento de secado del equipo y en la obtención de capsulas.

La pegajosidad del producto en las paredes de la cámara de secado fue observada en cada uno de los procesos realizados. Esto se atribuye al alto contenido de sólidos en las emulsiones utilizadas. Anandharamakrishnan y Padma Ishwarya (2015) reportan que, para evitar la pegajosidad del producto en la cámara de secado, se debe utilizar temperaturas de secado por debajo de la transición vítrea ($T_{g)}$ del material a secar, ya que éste evita los cambios en estado de los polímeros. Lozano (2009) presenta que con el uso de temperaturas arriba de la T_g confiere un estado amorfo pseudo-líquido, que es responsable de la cohesión interpartículas y de adherencia de las partículas a las paredes del cilindro de atomización. La T_g para el material de pared y el emulsificante utilizado en este estudio es de 160 °C para el caso del material de pared (maltodextrina 10 DE) (Roos y Karel 1991) y de 124 °C para el caso del emulsificante (almidón modificado) (Enríquez *et al.* 2013)**.**

En el parámetro medido de la cantidad de agua removido por hora, se ve un máximo de remoción de 1.30 kg/hr a 200 °C, estando dentro de lo aceptable ya que en la información técnica que ofrece la empresa que elabora el equipo de secado por aspersión, LabPlant™ SD-06, indica una evaporación de 1500 ml de agua por hora (1.5 kg/hora) a una temperatura

de 250 °C. Como se observa en los resultados por cada una de las fases, la cantidad de agua que es capaz de remover el equipo está influenciada por la temperatura del aire de secado, ya que con el incremento de la temperatura de secado el punto de saturación del aire seco será aumentado, llegando a remover mayor cantidad de agua de la emulsión. Como también al contar con más temperatura de secado se obtiene mayor transferencia de calor durante el secado, aumentando la capacidad del equipo.

4. CONCLUSIONES

- Con el uso de Maltodextrina Mor Rex 1910 Ingredion™ y almidón modificado Capsúl® Ingredion™ se obtiene una mezcla estable y con tamaño adecuado para el uso en la encapsulación de D-limoneno TF5-4 Cargill™ CTRUS LTDA mediante secado por aspersión.

- Los caudales estudiados de alimentación de emulsión influyen en el tamaño $D_{4,3}$, mientras que no presentaron influencia en la solubilidad y humedad de las micropartículas. En el caso de los cambios de temperatura estudiados, no presentaron influencia en la humedad, solubilidad y tamaño medio $D_{4,3}$ de las micropartículas.

- Con el aumento en caudales de alimentación de emulsión a una temperatura de secado constante, aumenta la capacidad de secado y la cantidad de agua removida. Mientras que, con los cambios de temperatura de secado a caudal constante de alimentación, no se observa diferencia significativa en la capacidad de secado, observándose únicamente diferencia en la cantidad de agua removida.

5. RECOMENDACIONES

- Realizar análisis de eficiencia de encapsulación y morfología de las partículas, para verificar si con las condiciones utilizadas se presentan las mejores características de las partículas.

- Realizar análisis de la T_g, para verificar cual es la temperatura a la que se dan las mejores condiciones de secado, debido a la alta adherencia a las paredes de la cámara de secado de la emulsión a utilizar,

- Realizar análisis reológicos de la emulsión.

- Monitorear la temperatura del aire de salida en la cámara de secado, controlar condiciones en el almacenado de microcápsulas y las condiciones de manipulación hasta el momento de realizar los análisis necesarios, debido a la alta variabilidad en el contenido de humedad de las partículas y el rendimiento de secado.

6. LITERATURA CITADA

Anandharamakrishnan C, Padma Ishwarya S. 2015. Introduction to spray drying. Spray drying techniques for food ingredients Encapsulation. First Edition. Hoboken, Nueva Yersey. John Wiley & Sons, Ltd. p. 1-36.

AOAC. (Association of Official Agricultural Chemists) 2000. Official method 926.12, Moistrure and volatile Matter in oils and Fats: Vacuum Oven Method, First Action 1926, Final Action; [consultado 2018 Mar 6]. https://www.edgeanalytical.com/wp-content/uploads/Food_AOAC-926.12.pdf.

Auriou N. 2003. Water dispersible encapsulated sterols. Novartis; Corporate Intellectual Property. (10):1–6. United States. US 2003/0165572 A1.

Bringas M, Expósito-Molina I, Reineccius GA, López-Hernández O, Pino JA. 2011. Influence of Spray-Dryer Air Temperatures on Encapsulated Mandarin Oil. Drying Technology. 29(5):520–526. doi:10.1080/07373937.2010.513780.

Cai YZ, Corke H. 2000. Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus betacyanin* Pigments. J Food Science. 65(7):1248–1252. doi:10.1111/j.1365-2621.2000.tb10273.x.

CEPAGRI (Centro de Pesquisas Meteorologicas e Climaticas Aplicadas a Agricultura). [consultado 2018 May 17]. Agritempo-Estación Meteorológica: Sistema de monitoreo Agrometeorológico [Estación Meteorológica para el estado de SP]. CEPAGRI. http://www.agritempo.gov.br/agritempo/jsp/Estacao/index.jsp?siglaUF=SP.

Enríquez C. M, Velasco M. R, Fernandez A. A. 2013. Caracterización de almidones de yuca nativos y modificados para la elaboración de empaques biodegradables. Biotecnologia en el Sector Agropecuario y Agroindustrial. (2):21–30.

Espinosa H, García E, editors. 2017. Tecnologías de nano/microencapsulación de compuestos bioactivos. Primera edición. Jalisco, Mexico: 297 p. ISBN: 978-607-97548-3-9.

Esquivel BE, Ochoa Martínez LA, Rutiaga-Quiñones OM. 2015. Microencapsulación mediante secado por aspersión de compuestos bioactivos. Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha [Asociación Iberoamericana de Tecnología Postcosecha]. 16(2):180–192. http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=81343176006.

Fernandes RVdB, Botrel DA, Silva EK, Borges SV, Oliveira CRd, Yoshida MI, Feitosa JPdA, Paula RCM de. 2016. Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation. Carbohydr Polym. 153:133–142. eng. doi:10.1016/j.carbpol.2016.07.096.

García Ceja A, Lopez Malo A. 2012. Biopolímeros utilizados en la encapsulación. México: Universidad de las Américas Puebla. http://www.udlap.mx/wp/tsia/files/No6-Vol-1/TSIA-6(1)-Garcia-Ceja-et-al-2012.pdf.

Goula AM, Adamopoulos KG. 2008. Effect of Maltodextrin Addition during Spray Drying of Tomato Pulp in Dehumidified Air: II. Powder Properties. Drying Technology. 26(6):726–737. doi:10.1080/07373930802046377.

Guevara NA, Jiménez-Munguía T. 2008. Encapsulación: técnicas y aplicaciones en la industria alimentaria. Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos [Universidad de las Américas]. 2:36–49.

Jafari SM, Assadpoor E, He Y, Bhandari B. 2008. Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. Drying Technology. 26(7):816–835. doi:10.1080/07373930802135972.

Jafari SM, He Y, Bhandari B. 2007. Encapsulation of Nanoparticles of d-Limonene by Spray Drying: Role of Emulsifiers and Emulsifying Techniques. Drying Technology. 25(6):1069–1079. doi:10.1080/07373930701396758.

Kurozawa LE. 2009. Estudos dos processos de hidrólise enzimática e secage por atomização para obtenção de hidrolisado proteico de frango em pó. [Tesis]. Campinas: UNICAMP, Engenheira de alimentos. 148 p.

Lopez Hernández OD. 2015. El secado por aspersión en aplicaciones de micro-encapsulación y secado de productos farmacéuticos: Productos para laboratorio. https://www.researchgate.net/publication/215921290.

Lozano Berna M. 2009. Obtención de microencapsulados funcionales de zumo de *Opontia stricta* mediante secado por atomización [Tesis]. Cartagena, Colombia: Universidad Politécnica de Cartagena. 69 p. http://repositorio.upct.es/bitstream/handle/10317/954/pfc3022.pdf;jsessionid=84BFA99896E5A891D93CBD9961FE5B92?sequence=1.

Madene A, Jacquot M, Scher J, Desobry S. 2006. Flavor encapsulation and controlled release. International Journal of Food Science Technology; [accessed 2018 Mar 6]. (41):1–21. Cánada. http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2621.2005.00980.x/epdf.

McClements DJ. 2016. Food emulsions: Principles, practices, and techniques. 3rd ed. Boca Raton: CRC Taylor & Francis. 1 Online-Ressource. ISBN: 978-1-4987-2669-6.

Parzanese M Téc. 2012. Tecnologías para la Industria Alimentaria: Microencapsulación; [consultado 2017 Nov 12]. (20). http://www.alimentosargentinos.gob.ar/contenido /sectores/tecnologia/Ficha_20_Microencapsulacion.pdf.

Research Trades. [consultado 2018 Jul 18]. Análisis del mercado fabricantes de microencapsulación global, estrategias de Marketing y su impacto en la industria 2018-2025 – iCrowdNewswire Spanish. http://www.icrowdsp.com/2018/07/13/analisis-del-mercado-fabricantes-de-microencapsulacion-global-estrategias-de-marketing-y-suimpacto-en-la-industria-2018-2025/.

Roos Y, Karel M. 1991. Water and Molecular Weight Effects on Glass Transitions in Amorphous Carbohydrates and Carbohydrate Solutions. J Food Science. 56(6):1676–1681. doi:10.1111/j.1365-2621.1991.tb08669.x.

Sanchez Reinoso Z. 2016. Evaluación de propiedades fisicoquímicas, morfológicas y sensoriales de microencapsulados de cacao obtenidos por spray drying [Tesis]. Bogota, Colombia: Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias Agrarias. 115 p. http:// bdigital.unal.edu.co/52522/1/1106778773.2016.pdf.

Silva EK, Zabot GL, Cazarin CBB, Maróstica MR, Meireles MAA. 2016. Biopolymer-prebiotic carbohydrate blends and their effects on the retention of bioactive compounds and maintenance of antioxidant activity. Carbohydr Polym. 144:149–158. eng. doi:10.1016/j.carbpol.2016.02.045.

Silva EK, Zabot GL, Meireles MAA. 2015. Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil: Retention and release of a bioactive compound with functional activities. Food Res Int. 78:159–168. eng. doi:10.1016/j.foodres.2015.10.022.

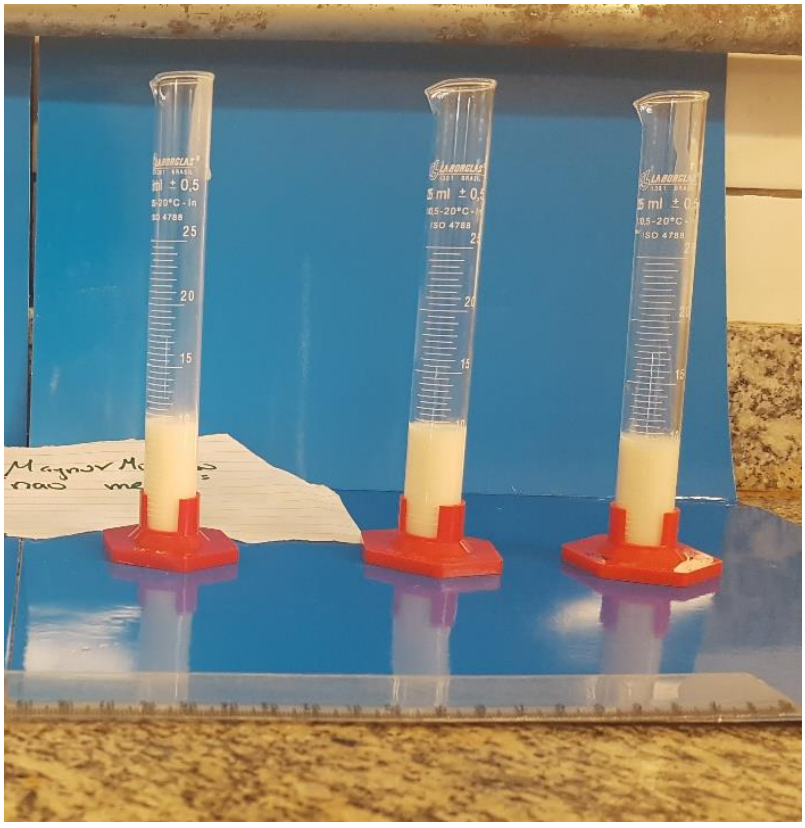
Tonon RV. 2009. Secagem por atomização do suco de açaí: Influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto [Tesis]. UNICAMP (Universidade Estadual de Campinas), Engenharia de Alimentos. São Paulo, Brasil: 221 p.

7. ANEXOS

Anexo 1. Equipo de “Spray Dryer” LabPlant™ SD-06.

Anexo 2. Sensor de humedad relativa y temperatura del aire de salida del equipo LabPlant™ SD-06.

Anexo 3. Prueba de índice de cremeabilidad (CI) por el método del cilindro.



Anexo 4. Recipiente bajo la cámara de secado con la presencia de emulsión sin secar, obtenida por gateamiento de la cámara de secado.

Anexo 5. Cámara de secado con la presencia de partículas adheridas en las paredes.