



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

CENTRO INTERDISCIPLINARIO DE INVESTIGACIÓN PARA EL
DESARROLLO INTEGRAL REGIONAL
UNIDAD OAXACA

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

Tesis de maestría

**“Optimización del secado por aspersion de mucilago de pitahaya
(*Hylocereus undatus*) en función de sus propiedades reológicas”**

Presenta:

Elena Evelia García Cruz

Dirigida por:

Dr. Juan Rodríguez Ramírez

Dr. Luis Medina Torres

Santa Cruz Xoxocotlán, Oaxaca, junio de 2011



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL
SECRETARIA DE INVESTIGACION Y POSGRADO

ACTA DE REVISION DE TESIS

En la Ciudad de Oaxaca de Juárez siendo las 13:00 horas del día 20 del mes de marzo del 2011 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación del **Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca (CIIDIR-OAXACA)** para examinar la tesis de grado titulada: **“Optimización del secado por aspersión de mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) en función de sus propiedades reológicas”**

García

Apellido paterno

Cruz

materno

Elena Evelia

nombre(s)

Con registro:

A	0	9	0	2	6	3
---	---	---	---	---	---	---

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

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

LA COMISION REVISORA

Directores de tesis:

Dr. Juan Rodríguez Ramírez

Dr. Luis Medina Torres

Dra. Lilia Leticia Méndez Lagunas

Dr. Sadoth Sandoval Torres

Dr. Yolanda Donají Ortiz Hernández

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

Dr. Juan Rodríguez Ramírez



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



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de Oaxaca de Juárez el día 20 del mes marzo del año 2011, el (la) que suscribe **García Cruz Elena Evelia** alumno (a) del Programa de **MAESTRÍA EN CIENCIAS EN CONSERVACIÓN Y APROVECHAMIENTO DE RECURSOS NATURALES** con número de registro A090265, adscrito al Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional, Unidad Oaxaca, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dres. Juan Rodríguez Ramírez y Luis Medina Torres y cede los derechos del trabajo titulado: **“Optimización del secado por aspersion de mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) en función de sus propiedades reológicas”** al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación. Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección **Calle Hornos 1003, Santa Cruz Xoxocotlán, Oaxaca**, e-mail: posgradoax@ipn.mx ó elenagarciacruz@hotmail.com Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

García Cruz Elena Evelia



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

RESUMEN

El secado por aspersión es de importancia para la biotecnología, la industria farmacéutica y de alimentos, porque puede ser aplicado a materiales termosensibles. Este proceso permite obtener productos con características específicas de humedad, densidad, tamaño de partícula, solubilidad y propiedades reológicas. La estabilización y conservación de mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*), un polímero natural, por medio del secado por aspersión para su almacenamiento y posterior uso no se ha investigado.

En este trabajo las condiciones de secado por aspersión de mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) fueron optimizadas en base a sus propiedades reológicas, para ello se analizaron las superficies de respuesta obtenidas. Extractos acuosos de mucílago con una concentración total de 6.65gL^{-1} fueron empleados para el secado. Un diseño factorial 2^3 con tres puntos centrales se utilizó para evaluar la influencia de los parámetros de temperatura del aire de entrada (T_e), flujo de alimentación (F_a) y velocidad de atomización (V_a) en el rendimiento del producto seco y las propiedades reológicas del mucílago reconstituido. Se determinó el contenido de humedad de los polvos y la distribución de tamaño de partícula de las muestras rehidratadas. Se seleccionó una muestra para analizar la morfología de partícula y determinar su temperatura de transición vítrea (T_g).

Se encontró que el rendimiento de los polvos tuvo una relación inversa con la temperatura del aire de entrada. El mucílago reconstituido presentó un comportamiento no newtoniano adelgazante a la cizalla (pseudoplástico), el cual se ajustó adecuadamente al modelo de Cross y propiedades viscoelásticas importantes para ser empleado como espesante. Las muestras exhibieron una distribución causi-modal y un tamaño medio de partícula de 1 a $20\ \mu\text{m}$. La T_g encontrada fue mayor a la temperatura ambiente (48°C) y su morfología mostró partículas esféricas que forman aglomerados. Las condiciones adecuadas de secado por aspersión para obtener un buen rendimiento de polvos de mucílago de pitahaya con bajo contenido de humedad de los polvos y propiedades reológicas aceptables del mucílago rehidratado fueron: T_e $130\ ^\circ\text{C}$, F_a de $2.9\ \text{Lh}^{-1}$, y V_a de 19000 rpm.

ABSTRACT

Spray drying is important for biotechnology, the pharmaceutical and food industry, it can be applied to thermosensitive materials. This process allows obtain products with specific characteristics like moisture, density, particle size, solubility and rheological properties. The stabilization and conservation of pitahaya mucilage (*Hylocereus undatus*), a natural polymer, by spray drying to its storage and future use has not been investigated.

In this study the conditions of spray drying of pitahaya mucilage were optimized, based on its rheological properties and the response surfaces obtained were analyzed. Aqueous extract of mucilage with a total concentration of 6.75g/L were used on the drier. A factorial design 2^3 with three central points was used to evaluate the influence of drying parameters: air inlet temperature (T_e), feed flow (F_a) and atomizer speed (V_a), on the yield and rheological properties of mucilage powder. The particle size distribution and moisture content of samples were determined. A sample was selected to analyze the particle morphology and to determinate its glass transition temperature (T_g).

The yield had an inverse relation with air inlet temperature. The reconstituted mucilage exhibited a no-Newtonian behavior, “shear thinning” (pseudoplastic), this had good fit by Cross model and important viscoelastic properties to use as thickening. The samples showed a modal distribution and a mean particle size from 1 to 20 μm . The T_g found was higher than room temperature (48°C), the particle morphology showed the presence spherical particles forming agglomerates. The adequate conditions by spray drying of pitahaya mucilage to obtain a high yield with low moisture content of powders and rheological properties acceptable of rehydrated mucilage were: T_e 130 $^\circ\text{C}$, F_a de 2.2 Lh^{-1} , y V_a de 19000 rpm.

AGRADECIMIENTOS

A mis directores de tesis Dr. Juan Rodríguez Ramírez del CIIDIR-IPN Oaxaca y Dr. Luis Medina Torres de la Facultad de Química de la UNAM por sus conocimientos compartidos, su amistad, apoyo y consejos brindados.

A la Dra. Lilia Leticia Méndez Lagunas por su colaboración en la elaboración de esta tesis.

Al Dr. Samuel Siles Alvarado por las facilidades prestadas para trabajar en su laboratorio, su apoyo, consejos y amistada brindados.

Y a todas aquellas personas que de algún modo han participado en la realización de este trabajo.

Al Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI) por la beca otorgada durante los periodos: Agosto-Diciembre 2009, Enero–Diciembre 2010.

Al Programa Nacional de Movilidad Estudiantil por la beca ECOES-Santander otorgada durante mi estancia académica en la UNAM.

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

ÍNDICE

	Página
Lista de figuras	i
Lista de tablas	ii
Simbología.....	iii
Abreviaturas	iv

I. INTRODUCCIÓN

1.1 Planteamiento del problema	3
1.2 Justificación	4
1.3 Hipótesis de trabajo	5
1.4 Objetivos.....	6

II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Las cactáceas y el mucílago.....	7
2.2 Secado por aspersion	9
2.2.1 Etapas y elementos de un sistema de secado por aspersion.....	10
2.2.2 Ventajas y aplicaciones.....	14
2.2 Reología	16
2.3.1 Principios y conceptos básicos	16
2.3.2 Tipos de fluidos.....	17
2.3.3 Modelos reológicos para describir el comportamiento de fluidos	20
2.3.4 Viscoelasticidad lineal	22
2.3.5 Reología de mucílago	28

III. METODOLOGÍA

3.1 Pruebas preeliminares de extracción y secado de mucílago.....	29
3.2 Secado por aspersion31	31
3.3 Propiedades físicas del extracto acuoso y los polvos.....	33
3.3.1 Grados Brix	33
3.3.2 Rendimiento	33
3.3.3 Contenido de humedad	34
3.3.4 Determinación de pH.....	35
3.4 Propiedades reológicas de mucílago reconstituido	35
3.4.1 Preparación de soluciones reconstituidas de mucílago	36
3.4.2 Medición de propiedades reológicas	36
3.5 Distribución de tamaño de partícula de mucílago reconstituido	37
3.6 Microscopia electrónica de barrido.....	37
3.7 Temperatura de transición vítrea	37
3.7 Espectroscopia de absorción infrarroja	38

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Selección del método de extracción de mucílago	39
4.2 Efecto de las condiciones de secado en las propiedades físicas de los polvos.....	41
4.2.1 Efecto en el rendimiento	41
4.2.2 Efecto en el contenido de humedad.....	43
4.2.3 Efecto en la temperatura del aire a la salida	44
4.3 Propiedades reológicas	45
4.3.1 Comportamiento al flujo	45
4.3.2 Efecto de la concentración de las soluciones de mucílago reconstituido	47
4.3.3 Propiedades elásticas	49
4.3.4 Efecto del secado en la viscosidad de mucílago reconstituido	50
4.3.5 Medidas de flujo oscilatorio	54
4.4 Optimización por el método de superficie respuesta	59
4.4.1 Rendimiento	60
4.4.2 Viscosidad.....	61

4.5 Distribución de tamaño de partícula	64
4.6 Temperatura de transición vítrea	66
4.7 Morfología de partícula	67
4.8 Análisis estructural.....	68

V. CONCLUSIONES

Conclusiones.....	72
Recomendaciones	73
Bibliografía	74
Anexo	80

LISTA DE FIGURAS

	Página
2.1 Plantas de piatahaya (<i>Hylocereus undatus</i>)	7
2.2 Esquema del proceso de secado por aspersión	10
2.3 Curva de velocidad de secado	11
2.4 Principales cambios caulitativos en el secado de una gota asperjada	12
2.5 Diagrama de un secador por aspersión	13
2.6 Boquilla de atomizador rotatorio	14
2.7 Tipos de fluidos	18
2.8 Curvas de flujo (τ vs γ) de fluidos Newtonianos y no Newtonianos	19
2.9 Curvas de viscosidad (η vs γ) de fluidos newtonianos y no Newtonianos	19
2.10 Zona viscoelástica lineal	23
2.11 Parámetros viscoelásticos G' , componente elástica y G'' , componente viscosa	24
2.12 Comportamiento típico de Maxwell en la prueba de oscilación	27
2.13 Comportamiento de fluidos bajo agitación. (a) Fluido newtoniano; (b) fluido viscoelástico que muestra el efecto Weissenberg	28
3.1 Extracción acuosa de mucílago, (a) tallos de mucílago cortados en forma de láminas; (b) filtración de mucílago	30
3.2 Secador por aspersión escala piloto Niro-atomizer	31
3.3 Determinación del contenido de humedad de los polvos	37
3.4 Reómetro de esfuerzo controlado modelo AR-G2	38
4.1 Efecto de la concentración en la respuesta viscosa	47
4.2 Propiedades elásticas y manifestación del efecto Weissenberg	50
4.3 Efecto de la temperatura del aire de entrada de secado en la viscosidad de mucílago rehidratado al 3 y 6%. (a) T3 y T4. (b) T7 y T8	51
4.4 Efecto de la velocidad del atomizador en la viscosidad de mucílago reconstituido al 3 y 6%. (a) T2 y T4. (b) T6 y T8	53
4.5 Efecto del flujo de alimentación en la viscosidad de mucílago reconstituido al 3 y 6%. (a) T3 y T7. (B) T4 y T8	54
4.6 Efecto de la concentración en los módulos dinámicos (G' y G'')	56
4.7 Efecto de la temperatura del aire de entrada en G' y G'' . (a) T1 y T2. (b) T3 y T4	57
4.8 Efecto de la velocidad de atomización en G' y G'' . (a) T1 y T3. (b) T2 y T4	58
4.9 Efecto del flujo de alimentación en G' y G'' . (a) T2 y T6. (b) T3 y T7	58

4.10 Superficie de respuesta del efecto de las variables de secado en el rendimiento de polvos	61
4.11 Superficie respuesta para el efecto de T_e , V_a y F_a en la viscosidad límite a baja velocidad de corte (η_0)	62
4.12 Superficie respuesta para el efecto de T_e , V_a y F_a en el tiempo característico (λ)	63
4.13 Superficie respuesta para el efecto de T_e , V_a y F_a en el índice de flujo (m)	63
4.14 Distribución de tamaño de partícula de mucílago reconstituido al 6%	65
4.15 Termograma de mucílago de pitahaya (T1)	66
4.16 Morfología de partícula de polvos de mucílago de pitahaya. Muestras (a) y (b) T1; (c) y (d) T3	67
4.17 Espectro de absorción infrarroja de mucílago de pitahaya secado por aspersión	70

LISTA DE TABLAS

	Página
2.1 Análisis químico proximal de tallos de pitahaya (<i>Hylocereus undatus</i>)	8
3.1 Condiciones de pruebas preliminares de extracción de mucílago	30
3.2 Especificaciones del Secador por aspersión Niro-atomizer	32
3.3 Diseño factorial 2^3 con 3 puntos centrales	33
4.1 Rendimiento de extracción, rendimiento de secado y contenido de humedad de polvos de pruebas preliminares	40
4.2 Rendimiento de secado, contenido de humedad de los polvos y temperatura del aire a la salida del secador	41
4.3 Parámetros del modelo de Cross para mucílago reconstituido	48
4.4 Coeficientes estimados del modelo de regresión para el secado por aspersión de mucílago	59
4.5 Análisis de varianza del modelo de regresión para el secado de mucílago	59
4.6 Parámetros del análisis de tamaño de partícula de mucílago reconstituido	64

SIMBOLOGÍA

Símbolo	Descripción	Unidades
y	Rendimiento	% en peso
τ	Esfuerzo cortante	Pa
η	Viscosidad	Pa's
$\dot{\gamma}$	Velocidad de corte o deformación	1/s
dv / dy	Gradiente de velocidad	1/s
k	Índice de consistencia	Pa's
n	Índice de flujo	Adimensional
η_0	Viscosidad límite a baja velocidad de corte	Pa's
η_∞	Viscosidad límite a alta velocidad de corte	Pa's
λ	Tiempo característico	s
m	Índice de flujo ($m = 1-n$)	Adimensional
γ	Deformación	Adimensional
γ_0	Deformación inicial	Adimensional
ω	Frecuencia angular	rad/s
t	Tiempo	s
τ_0	Esfuerzo cortante inicial	Pa
δ	Ángulo de desfase	°
G^*	Módulo complejo	Pa
G'	Módulo de almacenamiento (componente elástica)	Pa
G''	Módulo de pérdida (componente viscosa)	Pa
G_0	Módulo dinámico inicial	Pa
η'	Viscosidad imaginaria	Pa's
η''	Viscosidad dinámica	Pa's
η^*	Viscosidad compleja	Pa's
N_1	Primera diferencia de esfuerzos normales	Pa's
N_2	Segunda diferencia de esfuerzos normales	Pa.s
$\tau_{11}, \tau_{22}, \tau_{33}$	Esfuerzos normales	Pa's

ABREVIATURAS

	Descripción
SA	Secado por aspersión
Te	Temperatura de aire de entrada
Fa	Flujo de alimentación
Va	Velocidad de atomización
Ts	Temperatura de salida del aire
DTP	Distribución de tamaño de partícula
ASE	Área de superficie específica
D(0,5)	Diámetro medio de partícula
D(4,3)	Diámetro “De Brouckere”
ANOVA	Análisis de varianza
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
SEM	Microscopia electrónica de barrido
Ofi	Opuntia ficus indica
p/v	Peso/volumen
PV ₁	Masa del vaso a peso constante
PV ₂	Masa del vaso con polvos
X _{bh}	Contenido de humedad de los polvos en base húmeda
Vm	Volumen de mucílago
ST	Contenido de sólidos totales
P ₁	Masa de la cápsula con la cama de gasa
P ₂	Masa de la cápsula con residuo seco
M	Volumen de la muestra
I. R.	Índice de refracción
IR	Infrarrojo

I. INTRODUCCIÓN

La pitahaya (*Hylocereus undatus*) es una cactácea originaria de América, cuyos frutos se comercializan a nivel regional, nacional e internacional. En México se siembra principalmente a nivel traspatio, y de manera comercial en los estados de Yucatán, Puebla y Quintana Roo. Entre los países productores de pitahaya con alta tecnología están Israel, Malasia, China y Vietnam. La planta puede tener un uso comercial como la tuna del género y obtenerse productos para la industria alimentaria y farmacéutica. Los tallos de pitahaya almacenan agua para la época de sequía y pueden aprovecharse ya que contienen mucílago. Cuando pasa la época de producción de frutos es necesario realizar la poda sanitaria, de formación y de producción, quedando como material de desecho los tallos podados (Rodríguez-Canto, 2000).

El mucílago secretado por cactáceas es una sustancia polimérica compleja compuesta por carbohidratos con una estructura altamente ramificada, contiene proporciones variadas de L-arabinosa, D- galactosa, L-rhamnosa, D-xylosa y ácido galacturónico (McGarvie & Parolis, 1981; Medina-Torres et al., 2000; Goycoolea & Cárdenas, 2004; Matsuhira et al., 2006; Sepúlveda et al., 2007), su composición química muestra cierta semejanza con las pectinas (Miretzky et al., 2008). El mucílago se considera un hidrocoloide que forma redes moleculares capaces de retener gran cantidad de agua. Los hidrocoloides son ampliamente usados en la industria alimenticia como emulsificantes, estabilizadores y espesantes (Huang et al., 2001; Wang et al., 2009; Cui, 2001). Las aplicaciones del mucílago de *Opuntia ficus indica* se incluyen en las áreas de alimentos, ambiental y construcción (Del Valle et al., 2004; Cano & Torres, 2007; Sáenz et al., 2004). Sin embargo, el uso del mucílago fresco es limitado, ya que es susceptible al crecimiento microbiano por su alto contenido de humedad.

El secado por aspersión se ha propuesto como un método de conservación del mucílago para facilitar su transporte y almacenamiento. El secado por aspersión es un proceso ampliamente empleado en las industrias farmacéutica y alimenticia, ofrece tiempos de contacto cortos (5-100 s) y relativamente bajas temperaturas (menor a 220 °C), permitiendo que las propiedades de los alimentos puedan ser retenidas en alto porcentaje, y su costo es de 30 a 50 veces respecto a la liofilización (Gharsallaoui et al., 2007). El secado por aspersión es apropiado para productos sensibles al calor como jugos de frutas y puré de vegetales (Abadio et al., 2004; Chegini & Ghobadian, 2007;

Grabowski et al., 2008; Goula & Adamopoulos, 2005). Estos autores sugieren que una degradación térmica de los componentes y cambios moleculares durante el secado provocan un efecto en las propiedades y composición nutricional de los polvos.

El principal inconveniente del secado por aspersión de alimentos que contienen azúcares es su comportamiento termoplástico, lo cual provoca bajos rendimientos y problemas de operación (Gharsallaoui et al., 2007); siendo necesaria una optimización de las condiciones de funcionamiento. En estudios realizados por Ooham & Mazza (2001) y León-Martínez et al. (2010, 2011) sobre secado por aspersión de goma de linaza y mucílago de *Ofi* mencionan que los parámetros de secado y la naturaleza del material alimentado al secador afectan las propiedades y el rendimiento del polvo.

La reconstitución de los polvos obtenidos por secado por aspersión en medios acuosos presentan propiedades mecánicas al flujo que pueden utilizarse para establecer su calidad y predecir su estabilidad (Barnes, 2000). Las investigaciones relacionadas con el comportamiento reológico del mucílago de nopal *Opuntia ficus indica* señalan que este material presenta un comportamiento no newtoniano adelgazante al flujo o pseudoplástico ($n < 1$). El comportamiento pseudoplástico está basado en que el material forma grandes agregados moleculares, debido a su estructura molecular, peso molecular, dispersión, interacciones del tipo de Vander-Walls y propiedades funcionales (Trachtenberg & Mayer, 1982; Cárdenas et al., 1997; Majdoub et al., 2001; Medina-Torres et al., 2000; León-Martínez et al., 2011).

Las propiedades físicas y químicas del mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) no han sido estudiadas y es posible aprovechar su disponibilidad y potencial para aplicaciones análogas a las del mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) o desarrollar otras aplicaciones, más aún si se prolonga su vida útil por medio del proceso de secado.

1.1 Planteamiento del problema

Las propiedades físicas y químicas del mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) no han sido caracterizadas. Una problemática del mucílago en estado fresco es su vida útil corta, ya que es susceptible a la contaminación por microorganismos debido a que está compuesto de polisacáridos y por su alto contenido de humedad (> 80%). Una alternativa para la conservación del mucílago de pitahaya es el secado por aspersión. Factores como las propiedades del fluido alimentado (contenido de sólidos, viscosidad) y las condiciones de proceso (temperatura del aire de secado, velocidad de atomización, flujo de alimentación afectan las propiedades mecánicas al flujo y nutraceuticas de los productos obtenidos. El secado por aspersión de alimentos ricos en azúcares se dificulta debido a la presencia de carbohidratos y ácidos orgánicos de alto peso molecular, estos compuestos exhiben un comportamiento gomoso que provoca la adherencia partícula-partícula y partícula-pared del equipo durante el secado y reducen el rendimiento. La mínima pérdida de producto y propiedades mecánicas al flujo de mucílago de pitahaya puede lograrse optimizando las condiciones de secado por aspersión.

1.2 Justificación

Las plantas de pitahayas tienen diferentes usos alimenticios, medicinales, ornamentales y barreras protectoras. El fruto se consume fresco, en jugos, dulces, nieves y mermeladas, se emplea para el tratamiento de enfermedades gastrointestinales. Las semillas tienen efectos laxantes. Las infusiones de las flores sirven como tónico cardiaco. Los tallos se utilizan como verdura y forraje, para tratar afecciones en los riñones y lesiones en la piel, el control de la caspa y como desinfectante (Castillo, 2006). El cultivo de pitahaya requiere de podas frecuentes de tallos para su sanidad, formación e inducción de floración. Los brotes de pitahaya tienen propiedades alimenticias similares a las de los cladodios tiernos de nopal (*Opuntia sp.*) que en México son componente tradicional e importante de la dieta (Castillo, 2006). La extracción del mucílago es una alternativa para aprovechar los tallos excedentes.

El secado por aspersion es la tecnología más común en la industria alimenticia ya que mejora la estabilidad del producto, disminuye la actividad de agua y la actividad microbiológica, minimiza los cambios físicos y químicos en el almacenamiento, es un proceso rápido y emplea temperaturas relativamente bajas. Otras ventajas del producto seco son la reducción de espacio para almacenamiento y la disminución de costos de empaque y transporte. Sin embargo, existen factores en el secado por aspersion que afectan la calidad del producto final, por ello se requiere de optimizar las condiciones de proceso, un buen método para realizarlo es el método de superficie respuesta.

El estudio de las propiedades mecánicas al flujo de materiales como el mucílago es importante para predecir su comportamiento macroscópico bajo diferentes condiciones de proceso, evaluar el efecto de factores tales como: composición, concentración, pH, temperatura, tipo de ion y fuerza iónica sobre dichas propiedades. La calidad y estabilidad de materiales secados por aspersion puede establecerse a través de su respuesta reológica. El ajuste de los datos experimentales a modelos reológicos se emplea para interpretar la física del material (índice de consistencia, de adelgazamiento, elasticidad al flujo de cizalla simple, viscoelasticidad, tiempos característicos).

1.3 Hipótesis de trabajo

- Las variables de secado temperatura del aire de entrada, velocidad de atomización y flujo de alimentación afectan significativamente el rendimiento, la viscosidad y propiedades viscoelásticas del mucílago deshidratado.
- El mucílago de pitahaya reconstituido presenta comportamientos mecánicos al flujo de carácter no newtoniano del tipo adelgazante a la cizalla y características viscoelásticas superiores que las de mucílago *Opuntia ficus indica*.
- La optimización de las condiciones de secado por medio del método de superficie respuesta resulta en rendimientos mayores a 60% y propiedades reológicas del mucílago de pitahaya adecuadas para uso como aditivo en alimentos.

1.4 Objetivos

Objetivo general

Optimizar las condiciones de secado por aspersión de mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) por medio del análisis del comportamiento reológico de mucílago reconstituido usando el método de superficie respuesta.

Objetivos específicos

- Seleccionar un método y condiciones adecuadas de extracción de mucílago de tallos de pitahaya en base al rendimiento del mucílago extraído y de secado.
- Evaluar el efecto de secado en el rendimiento y contenido de humedad de polvos obtenidos a diferentes condiciones de operación.
- Determinar el comportamiento reológico al flujo de cizalla simple considerando el efecto de la concentración del mucílago rehidratado, y correlacionar los datos experimentales con un modelo reológico del tipo newtoniano generalizado (FNG) que describa dicho comportamiento.
- Determinar las propiedades viscoelásticas de pequeña amplitud de deformación del mucílago de pitahaya reconstituido.
- Evaluar el efecto de las condiciones de secado en las propiedades reológicas (viscosidad y módulos dinámicos) de mucílago de pitahaya.
- Analizar la distribución de tamaño, temperatura de transición vítrea y morfología de partícula del mucílago reconstituido, y relacionar su análisis con la respuesta reológica.
- Establecer las condiciones óptimas del proceso de secado por aspersión de mucílago de pitahaya empleando el método de superficie respuesta.

II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Las cactáceas y el mucílago

Las cactáceas son un grupo de aproximadamente 1600 especies, incluidas en 130 géneros, subdividas en 3 subfamilias; las cuales crecen en regiones áridas y semiáridas y cubren el 30% de la superficie terrestre. También existen en lugares subtropicales y tropicales, cuyo hábito principalmente es epífita y hemiepífita. Estas plantas tienen un Metabolismo Ácido Crasuláceo (CAM, por sus siglas en inglés), abren sus estomas por las noches y durante el día los cierran para evitar la pérdida de agua por transpiración durante el día. La reducción de tejidos de sus tallos (cladodios) y las espinas que cubren la superficie de los cladodios y frutos les permite crecer y sobrevivir durante todo el año, donde hay escasez de agua, altas temperaturas y radiación solar (Rodríguez-Canto, 2000).

Las pitahayas (*Hylocereus undatus*) están incluidas en el orden Cactales, la familia Cactaceae, la subfamilia Cereoideae (o Cactoideae), la tribu Hylocereeae, la subtribu Hylocereinae y el género *Hylocereus*. La pitahaya es una cactácea perenne trepadora originaria de América, que se distribuye ampliamente en México principalmente en el bosque tropical subcaducifolio y caducifolio, que puede ser propagada de manera sexual (semilla) o asexual (vegetativa). Los tallos o filocladodios son suculentos de 5-6 cm de diámetro, tienen tres aristas o costillas y tienen grupos de espinas de 2 a 4 mm de largo en las areolas ubicadas en los bordes, son largos y ramificados (Figura 2.1). La succulencia está dada por el contenido de mucílago.



Figura 2.1 Plantas de pitahaya (*Hylocereus undatus*).

El uso y consumo de los frutos de pitahaya (*Hylocereus undatus*) se debe a que son ricos en vitamina C. Los tallos pueden ser consumidos como verdura y forraje para ganado; son ricos en hierro y carbohidratos, su valor energético es superior a lo reportado en otras verduras comunes como la zanahoria y la lechuga (Castillo et al., 1996). Los brotes de pitahaya tienen propiedades alimenticias similares a las de los cladodios tiernos de nopal (*Opuntia sp.*) que en México son componente tradicional e importante de la dieta (Castillo, 2006). En la tabla 1.1 se muestra el análisis químico proximal en base húmeda de brotes y tallos maduros de pitahaya variedad roja (*Hylocereus undatus*). Los frutos, tallos y flores de pitahaya son usados para tratar diversas enfermedades del riñón y gastrointestinales como la gastritis y la amibiasis; también son materia prima para la elaboración de productos para el control de la caspa (Castillo et al., 1996).

Tabla 2.1 Análisis químico proximal de tallos de pitahaya (*Hylocereus undatus*)

Elemento	Brotes (%)	Tallos maduros
Humedad	92.79	80.00
Cenizas	1.53	2.00
Fibra cruda	1.55	3.00
Proteínas	1.07	0.70
Grasas	0.18	0.30
Hidratos de carbono	2.88	14.00

Fuente: Elaborado con datos de R. Castillo M. y H. Cálix De d., 1996. Contenido nutricional de tres especies de pitahaya *Hylocereus*; A. Rodríguez C., 1997. Guía técnica para la producción de plantas de pitahaya en viveros, p. 54.

La familia de las cactáceas es característica por el mucílago que almacenan en sus tallos (Sáenz et al., 2005). La composición química y la identificación de la estructura molecular de mucílago ha sido el sujeto de varios estudios usando técnicas de cromatografía, los cuales han encontrado que el mucílago es un polisacárido polielectrolítico con carga negativa que contiene azúcares como L-arabinosa, D-galactosa, L-rhamnosa, D-xylosa y ácido galacturónico en cantidades variables (McGarvie & Parolis, 1981; Medina-Torres et al., 2000; Goycoolea & Cárdenas, 2004; Matsuhira et al., 2006; Sepúlveda et al., 2007. Cárdenas et al., (1997) determinaron que el peso molecular del mucílago es 3×10^6 , este valor es mayor al determinado por Medina-Torres et al., (2000) de 2.3×10^4 , y menor al encontrado por Trachtenberg & Mayer (1981) de 4.3×10^6 , esta diferencia puede atribuirse a las técnicas de extracción

empleadas, a la contaminación del mucílago con otros componentes celulares y la diferencia de variedades de cactáceas estudiadas.

El mucílago es una sustancia polimérica compleja con una estructura altamente ramificada, un hidrocoloide soluble en agua, capaz de modificar sus propiedades reológicas. Los polímeros ramificados tienen una viscosidad aparente muy inferior a la de los polímeros lineales de igual peso molecular. Los hidrocoloides tienen la característica de formar geles que atrapan y retienen agua.

La extracción y purificación del mucílago ha sido investigada por diferentes autores. Medina-Torres et al. (2000) maceraron la pulpa obtenida de los cladodios y utilizaron acetona para precipitar la goma de mucílago. Majdoub et al. (2001) usaron éter de petróleo y maceraron en agua desionizada. Sepúlveda et al. (2007) encontraron que las condiciones de extracción (relación material/agua, temperatura y tiempo) y precipitación (tipo de alcohol y relación extracto/alcohol) no afectan significativamente la composición química y pureza del mucílago obtenido. Por su parte, Alonso (2006) experimentó con diferentes métodos de extracción acuosa para obtener el mucílago de pitahaya, y lo caracterizó para evaluar sus propiedades viscosas.

2.2 Secado por aspersión

El secado por aspersión (SA) es una operación unitaria en la que un producto líquido se atomiza en una corriente de gas caliente, que generalmente es aire, para obtener instantáneamente un polvo. El líquido alimentado al secador puede ser una solución, una emulsión o una suspensión. El secado por aspersión produce, dependiendo de la materia prima de partida y las condiciones de funcionamiento, un polvo muy fino (10-50 μm) o de partículas de gran tamaño (2-3 mm). En la figura 2.2 se muestra el esquema del proceso de secado por aspersión, se observa una reducción del tamaño de gota debido a la pérdida de agua después de transcurrir un tiempo, de t_1 a t_2 (Masters, 1985). La transferencia de materia (agua) de la gota a la corriente de aire caliente se indica con la flecha oscura, mientras la transferencia de calor a la gota, con la flecha blanca.

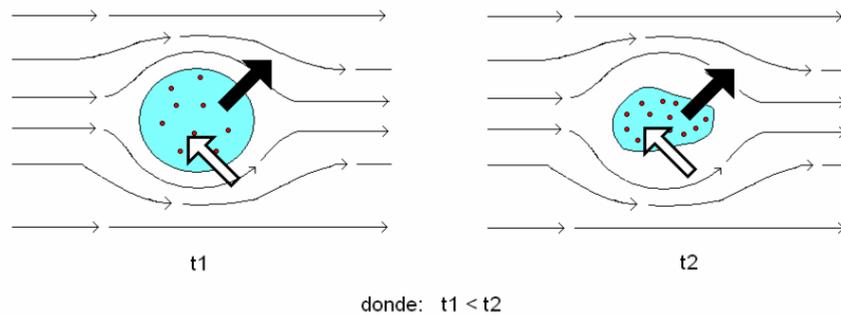


Figura 2.2 Esquema del proceso de secado por aspersión

El SA es generalmente usado en la industria alimenticia para disminuir el contenido de humedad y la actividad acuosa, asegurar una estabilidad microbiológica de los productos, evitar el riesgo de degradaciones químicas y/o biológicas, reducir los costos de transporte y almacenamiento, y obtener un producto con propiedades específicas como por ejemplo la solubilidad instantánea.

2.2.1 Etapas y elementos de un sistema de secado por aspersión

El secado por aspersión consiste en cuatro etapas (Masters, 1985):

- 1) Atomización de la solución
- 2) Contacto aire caliente-gota
- 3) Evaporación del agua
- 4) Recuperación del producto.

1) Atomización de la solución. La atomización de líquidos en pequeñas gotas puede llevarse a cabo por la presión o energía centrífuga. El objetivo de esta etapa es crear una superficie máxima posible de transferencia de calor entre el aire seco y el líquido con el fin de lograr la evaporación y optimizar la transferencia de masa. Cuanto más pequeñas sean las gotas, mayor la superficie y más fácil la evaporación y consecuentemente una mayor eficiencia térmica. Con respecto al secado, lo ideal es que todas las gotitas atomizadas fueran de un tamaño uniforme, lo cual significaría que el tiempo de secado sería el mismo para todas ellas; sin embargo, todavía no se ha logrado diseñar un atomizador que produzca una pulverización completamente homogénea.

2) Contacto aire caliente-gota. Existen tres formas básicas de contacto aire caliente-gota de acuerdo con la posición del atomizador en comparación con el distribuidor de

aire caliente, (Masters, 1985; Filková et al., 2006): flujo en paralelo o co-corriente, flujo en contracorriente y mixto. En el flujo paralelo, el líquido es atomizado en la misma dirección que el flujo de aire caliente a través del equipo, la temperatura de entrada del aire caliente puede ser entre 150 y 220 °C, la evaporación se produce de forma instantánea y el producto seco se expondrá a temperaturas moderadas (50-80 °C), lo cual limita las degradaciones térmicas.

3) Evaporación del agua. La velocidad de evaporación se lleva a cabo en dos periodos (Masters, 1985; Treyball, 1996): periodo de velocidad constante y periodo de velocidad decreciente. En el periodo de velocidad constante la difusión de humedad desde dentro de las gotas permite tener la superficie saturada de líquido, el tamaño de la gota disminuye y la temperatura de la superficie permanece constante; la temperatura del aire de secado desciende a medida que gana humedad. En el periodo de velocidad decreciente la velocidad de migración de la humedad a la superficie no es suficiente para mantenerla saturada, en este momento aparecen áreas secas sobre la superficie, alcanzándose el punto crítico de humedad en donde la gota ya no puede contraerse más en volumen y su temperatura empieza a ascender; en este punto el aire de secado llega a la temperatura crítica y a una humedad crítica, su temperatura sigue disminuyendo hasta fijada por el final del proceso aumentando su humedad. La velocidad y el tiempo requerido de secado son dependientes de la temperatura del aire de secado, el coeficiente de transferencia de calor y el diámetro de la gota a secar. La curva de velocidad de secado se muestra en la figura 2.3 y los principales cambios cualitativos en el secado de una gota asperjada se presentan en la figura 2.4.

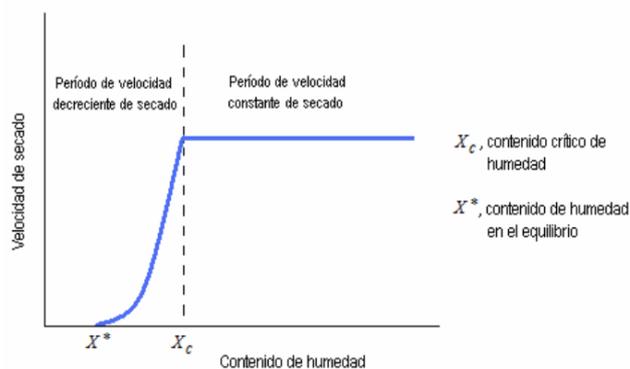


Figura 2.3 Curva de velocidad de secado (Treyball, 1996)

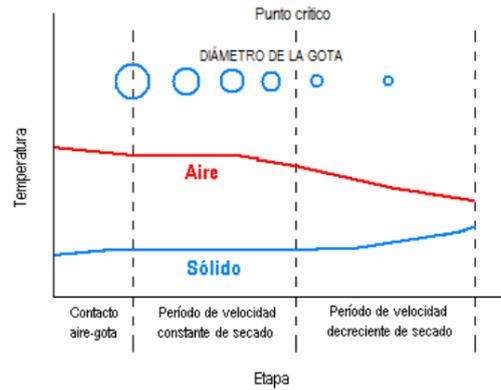


Figura 2.4 Principales cambios cualitativos en el secado de una gota asperjada (Grajales, 1996)

4) Recuperación del producto. La separación del producto se puede realizar primero en la base de la cámara de secado (separación primaria), seguida de la recuperación de finos (separación secundaria), que puede estar constituido por ciclones, filtros bolsa, precipitadores electrostáticos o filtros húmedos. Los separadores ciclónicos son los más empleados para la separación y recolección de polvos, por ser de bajo costo, eficientes y de fácil limpieza. En estos el aire cargado de polvo entra en forma tangencial a una cámara cilíndrico-cónica girando rápidamente y sale por la parte central superior. El producto seco, debido a su inercia, tiende a moverse hacia la pared exterior del separador donde continúa hasta caer en un receptor (Masters, 1985).

El sistema de secado por aspersión (Figura 2.5) tiene cinco elementos básicos (Masters, 1991):

1. Calentador de aire
2. Cámara de secado
3. Dispositivo para dispersar el material a secar,
4. Bomba para impulsar el líquido hacia la cámara de secado
5. Sistema de recolección de las partículas secas en el aire.

El aire de secado puede ser calentado directa (por gas o electricidad) e indirectamente (por medio de vapor, gas o aceite caliente). Los calentadores de aire eléctricos son comunes en secadores para laboratorio y planta piloto. El fluido se alimenta mediante bombas que aumentan la energía mecánica del fluido para incrementar su velocidad, presión o la altura del fluido. La bomba peristáltica es un tipo de bomba utilizada en el secador por aspersión piloto, la cual consta de tubería flexible y rodillos externos para

impulsar el fluido. El rango de bombear fluidos es casi ilimitado por la gran variedad de materiales que existen para la tubería. La función de la cámara de secado es asegurar que las gotas puedan secarse con el flujo de gas caliente y para suministrar un tiempo de residencia suficiente para evaporar la humedad. El tiempo de residencia puede ser calculado, en primera instancia, dividiendo el volumen de la cámara por el caudal total de aire. Es de particular importancia que las gotas no choquen contra las paredes de la cámara cuando todavía están húmedas. La elección de la configuración del atomizador depende de la naturaleza y la viscosidad del líquido a alimentar y las características deseadas del producto seco.

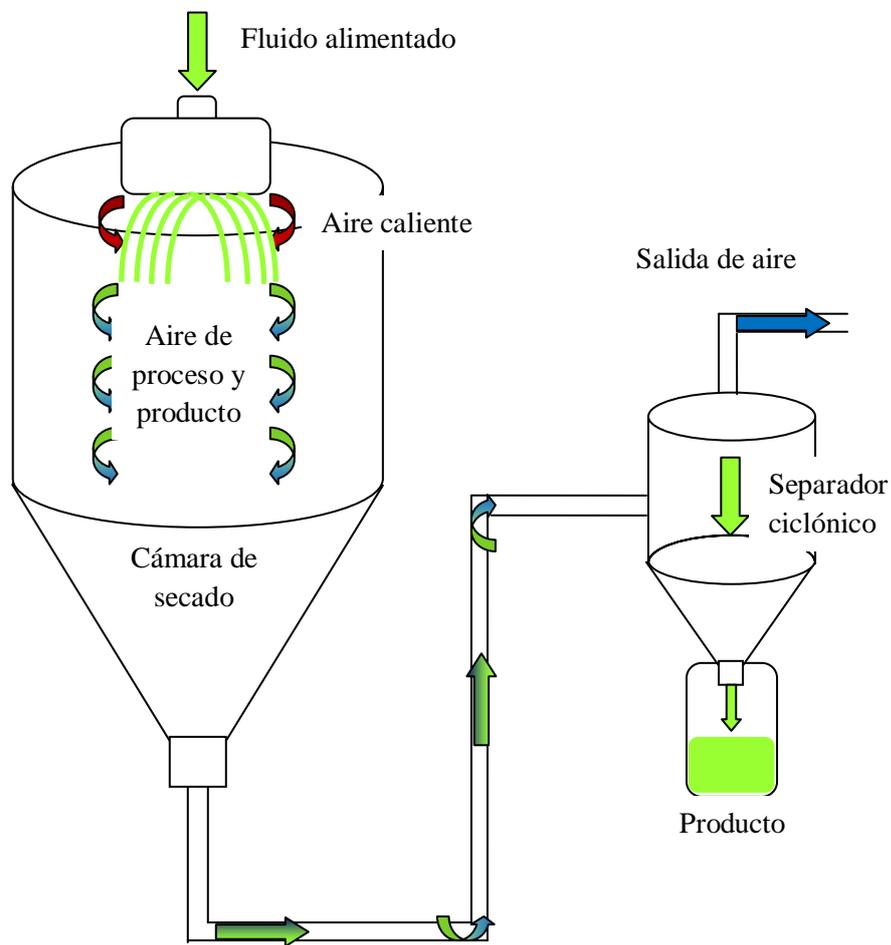


Figura 2.5 Diagrama de un secador por aspersión.

Los atomizadores rotatorios (figura 2.6), atomizan los líquidos esparciéndolos en forma de capas delgadas las cuales se descargan a alta velocidad desde la periferia de un disco especialmente diseñado que gira con gran rapidez la velocidad.

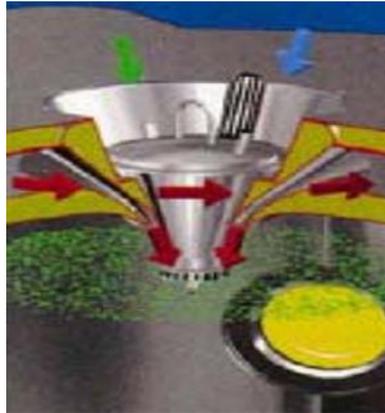


Figura 2.6 Boquilla de atomizador rotatorio

2.2.2 Ventajas y aplicaciones

Las principales ventajas del secado por atomización son:

1. Control de los parámetros de calidad del producto así como especificaciones concretas.
2. El secado por aspersion ofrece la ventaja de un secado rápido para productos sensibles al calor, un tamaño y densidad de la partícula de producto que son controlables dentro de ciertos límites y costos relativamente bajos de operación, en especial en el caso de secadores de gran capacidad en comparación con los secadores por liofilización.
3. Los alimentos sensibles al calor, productos biológicos y farmacéuticos se pueden secar a presión atmosférica y a bajas temperaturas.
4. El secado por atomización permite la producción de grandes cantidades en la operación continua y con un equipo relativamente simple.
5. El producto entra en contacto con las superficies del equipo en condiciones anhidras, simplificando así los problemas de la corrosión y de selección de materiales costoso en la construcción del equipo.
6. Produce partículas relativamente uniformes, esféricas y con casi la misma proporción de compuestos que en la alimentación líquida.
7. Puesto que la temperatura de funcionamiento del gas puede extenderse de 150 a 600 °C, la eficacia es comparable a la de otros tipos de secadores directos.

Los productos obtenidos por secado por aspersión han sido desde resina acrílica, óxido de aluminio, óxido de hierro, bentonita, catalizador (Ni, Zn), cerámicas, pinturas, detergentes, sorbitol, sílica gel, fungicidas, herbicidas, antibióticos, enzimas, vitaminas A, B2 y E, hormonas, flavorizantes, maltodextrina, nata de leche, proteína vegetal hidrolizada, café instantáneo; los cuales tienen un contenido de humedad final de 0.5 a 8% (Masters, 1991; Alamilla, 2001).

Los estudios acerca del secado por aspersión se refieren al efecto del secado sobre las propiedades de productos vegetales. Abadio et al. (2004) estudiaron el efecto de la concentración de maltodextrina DE 10, y la velocidad de atomización en las propiedades físicas de los polvos de jugo de piña (*Ananas comosus*), sugieren el uso de velocidades de atomización bajas (25000 rpm). Chegini & Ghobadian (2007) investigaron el secado por aspersión de jugo de naranja, reportaron que el material acarreador adecuado es glucosa líquida, el incremento de la temperatura del aire de entrada y del flujo de alimentación influyen en el bajo rendimiento obtenido. El secado por aspersión fue empleado para obtener un colorante a partir de jugo de fruta *Opuntia stricta*, este colorante fue exitosamente aplicado en yogur y una bebida suave (Obón et al., 2009).

Polvo de puré de camote fue obtenido por secado por aspersión a escala piloto por Grabowski et al. (2008), ellos evaluaron las propiedades reológicas y composición nutricional de polvo del camote hidratado y del puré, encontraron diferencias atribuidas a cambios moleculares provocados por el secado en la vitamina C, beta-carotenos y viscosidad. Salvador et al. (2001) estudiaron el efecto del secado por aspersión en las propiedades de flujo de mezclas de goma xantana-gelatina y su aplicación, por sus propiedades espesante y estabilizante, en la formulación de una crema para confitería, la cual fue de apariencia visual similar y mayores propiedades reológicas que la crema elaborada con almidón.

Orozco et al. (2007) secaron por aspersión mucílago de nopal concentrado por ultrafiltración, a diferentes condiciones de operación, obtuvieron polvos con una humedad de 3 a 5% sin que las propiedades reológicas fueran afectadas en un intervalo de temperatura de 130 a 170 °C. León-Martínez et al. (2010, 2011) secaron por aspersión mucílago de nopal *Opuntia ficus indica*, encontraron que los parámetros de secado temperatura del aire de entrada, velocidad de alimentación y velocidad de atomización tienen influencia sobre las propiedades el rendimiento, el contenido de humedad, la densidad volumétrica y las propiedades reológicas del polvo obtenido.

2.3 Reología

El término Reología se refiere a la ciencia que estudia de la deformación y flujo de la materia. Esta definición fue aceptada cuando la Sociedad Americana de Reología fue fundada en 1929. La Reología moderna, estudia los comportamientos elástico (sólido de Hooke) y viscoso (fluido Newtoniano), sistemas complejos que presentan simultáneamente propiedades elásticas y viscosas, es decir, sustancias viscoelásticas como la gran mayoría de los fluidos alimenticios (Barnes, 2000). El estudio del comportamiento reológico de productos se requiere para determinar sus características y su comportamiento en combinación con otro; predecir medidas de almacenamiento y de estabilidad; estudiar la vida de anaquel y, evaluar su calidad.

2.3.1 Principios y conceptos básicos

Sólidos y líquidos ideales. Los conceptos de sólido y líquido ideal no existen en la realidad, representan situaciones extremas de comportamiento. Todas las sustancias muestran algunas características de estos ideales, esta presencia dependerá de las condiciones y fuerzas a las que el objeto está sometido. El sólido ideal se representa por el sólido de Hooke, en el cual la deformación es proporcional a la fuerza que la produce; mientras que el líquido ideal se representa por el fluido Newtoniano. Ambos son isótropos, carecen de viscosidad y estructura, su comportamiento reológico no es afectado por el tiempo (Barnes, 2000).

Se puede definir un sólido como un material que no puede continuamente cambiar su forma cuando está sometido a una deformación dada, mientras que un líquido se define como un material que continuamente cambia de forma cuando se somete a una deformación, independientemente de que tan pequeña pueda ser la deformación. Sin embargo, si se aplica un amplio rango de deformaciones sobre un amplio espectro de tiempo, o frecuencia, puede observarse propiedades de líquidos en sólidos y propiedades de sólidos en líquidos. Esto involucra el concepto de Tiempo característico como el tiempo necesario para que un material o sistema se mueva o se deforme.

Viscosidad. La viscosidad puede definirse como la fricción o rozamiento interno del líquido, es decir, su resistencia interna al flujo. Dicho concepto establece en la Ley de

Newton (ecuación 1), que relaciona el esfuerzo cortante (tensión de cizalla) con la velocidad de deformación (intensidad de cizalla o gradiente de velocidad).

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (1)$$

La fuerza por unidad de área requerida para producir el movimiento es F/A y es denotada por τ (esfuerzo cortante) y es proporcional al gradiente de velocidad o velocidad de deformación. La constante de proporcionalidad η es denominada coeficiente de viscosidad. Para fluidos no newtonianos, la viscosidad es llamada aparente ya que varía en función de la velocidad de deformación. La viscosidad de los materiales reales puede ser significativamente afectada por variables como la rapidez de deformación, la temperatura, la presión y el tiempo, es decir depende de tales variables. (Barnes, 2000).

Flujo. La deformación de los líquidos se llama “flujo”. En los experimentos de viscosidad, la rapidez de deformación se determina la magnitud de la deformación dividida por el tiempo que ésta tarda en producirse y se expresa en términos de s^{-1} . La ecuación reológica de estado de los fluidos establece la relación entre la tensión y la rapidez de deformación. Así, para una velocidad dada, la fuerza resultante se incrementa cuando la viscosidad aumenta; mientras que para una fuerza dada, la velocidad es reducida cuando la viscosidad se eleva.

Los fluidos poliméricos están formados por macromoléculas que adoptan una conformación determinada dependiendo de su estructura molecular, del tipo de flujo y de las interacciones con las otras moléculas. Los dos tipos principales de flujos son el flujo cortante y el flujo elongacional o extensional. El flujo cortante posee una familia uniparamétrica de superficies materiales (superficies de corte) que se mueven isométricamente, esto es que la distancia entre dos partículas en la superficie es constante, el volumen de cada elemento del fluido es constante.

2.3.2 Tipos de fluidos

Los fluidos se definen como sustancias que se deforman continuamente bajo la aplicación de esfuerzos cortantes, es decir, fluyen sin desintegrarse cuando se aplica una presión; estos pueden ser gases, líquidos y ciertos sólidos. La figura 2.7 se muestran los

tipos de fluidos. Frecuentemente, éstas determinan las propiedades funcionales de algunas sustancias e intervienen durante el control de calidad, los tratamientos (comportamiento mecánico), el diseño de operaciones básicas como bombeo, mezclado y envasado, almacenamiento y estabilidad física, e incluso en el momento del consumo (textura) si se trata de alimento. Las propiedades reológicas se definen a partir de la relación existente entre fuerza o sistema de fuerzas externas y su respuesta, ya sea como deformación o flujo. Todo fluido se va deformar en mayor o menor medida al someterse a un sistema de fuerzas externas. (Barnes, 2000; Barnes et al., 1993).

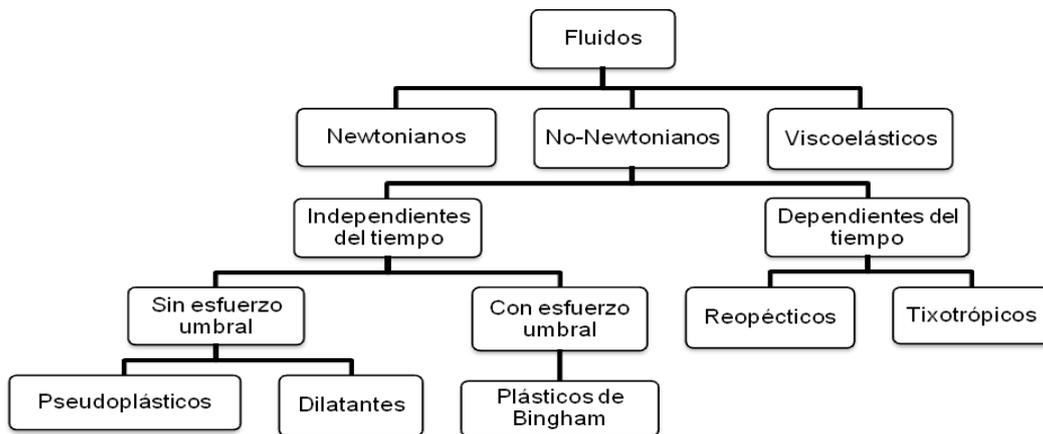


Figura 2.7 Tipos de fluidos (Muller, 1977).

Fluidos Newtonianos. Se definen como aquellos para los que la representación del esfuerzo cortante en función de la velocidad de deformación es una línea recta. La mayoría de los gases y fluidos simple (como el agua) presentan este comportamiento.

Fluidos no Newtonianos. Son aquellos que exhiben flujo uniforme, pero la relación entre el esfuerzo cortante y velocidad de deformación no es lineal. Las emulsiones, suspensiones densas, soluciones de polímeros de cadena larga son algunos ejemplos de fluidos no newtonianos. Los fluidos no newtonianos son generalmente complejos y constan de más de una fase, aunque las disoluciones de polímeros puedan considerarse como fases únicas. Una de las fases es continua y la otra dispersa. La reología de un sistema disperso depende de las propiedades de la fase continua, las de la fase dispersa y la interacción entre ambas. En la fase continua son de interés la viscosidad, la composición química, el pH y la concentración de electrolitos. En la fase dispersa, que puede ser líquida o sólida, la concentración en volumen, la viscosidad, el tamaño de partícula, la forma, la distribución por tamaños y la composición química.

Para los fluidos no newtonianos, la viscosidad depende de factores como (Muller, 1977): la naturaleza de las fases continua y dispersa, las interacciones partícula-partícula y partícula-solvente, la concentración de partículas, su forma, tamaño y composición química. Estos fluidos pueden subdividirse en dos grupos principales, dependientes e independientes del tiempo. En el primer grupo se incluyen los fluidos tixotrópicos y reopécticos; mientras que los fluidos independientes del tiempo son pseudoplásticos, dilatantes y plásticos. Las curvas de flujo y de viscosidad de los diferentes tipos de fluidos se muestran en las figuras 2.8 y 2.9.

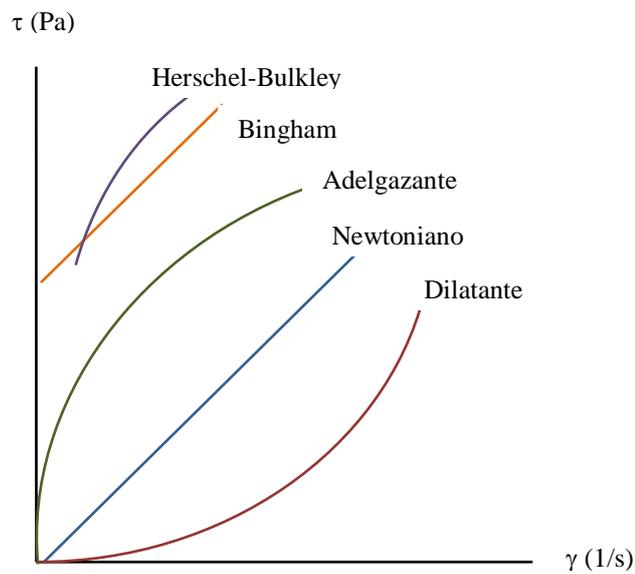


Figura 2.8 Curvas de flujo (τ vs $\dot{\gamma}$) de fluidos Newtonianos y no Newtonianos.

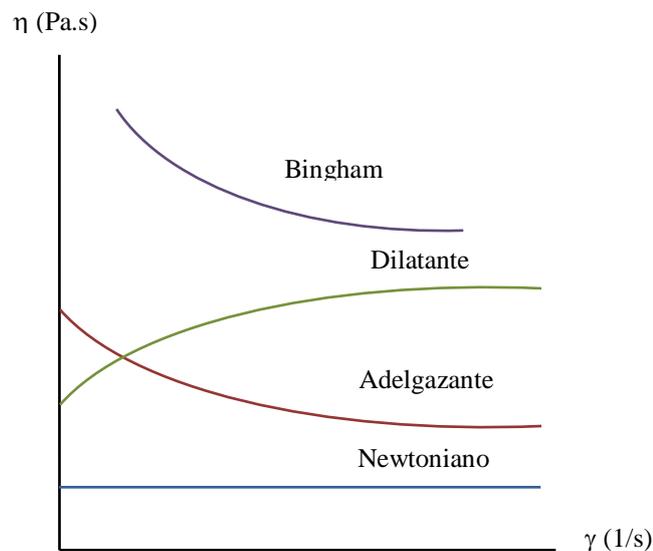


Figura 2.9 Curvas de viscosidad (η vs $\dot{\gamma}$) de fluidos newtonianos y no Newtonianos.

Fluidos no Newtonianos que presentan adelgazamiento al flujo (shear-thinning). En los fluidos del tipo de adelgazamiento al flujo (pseudoplásticos) la viscosidad aparente depende de la velocidad de deformación por cizalla, pero no del tiempo durante el que están sometidos a la tensión cizallante; es decir, el aumento de la velocidad de deformación disminuye la fricción entre las capas del fluido. El esfuerzo causa un desorden, las moléculas de cadena larga se orientan y llegan a alinearse al flujo, lo que da la reducción de la viscosidad. Este comportamiento es el tipo más común de los fluidos no newtonianos.

Las soluciones poliméricas tienen un comportamiento pseudoplástico que depende fuertemente de la concentración de la solución. Para sistemas diluidos, el comportamiento pseudoplástico puede deberse a la orientación del flujo de las partículas o el cambio en la conformación de las moléculas poliméricas. Así, cuando la velocidad de deformación es mayor que la velocidad de la reorientación térmica de las partículas, estas serán alineadas en dirección al flujo. Para sistemas concentrados, el comportamiento pseudoplástico aparece cuando la velocidad de deformación es mayor que la velocidad para alcanzar el equilibrio de las partículas.

Fluidos Viscoelásticos. Son aquellos que exhiben simultáneamente las propiedades viscosas propias de un líquido y las elásticas características de un sólido; en general, los fluidos biológicos se caracterizan por tener estas características.

2.3.3 Modelos reológicos para describir el comportamiento de fluidos

El comportamiento pseudoplástico es muy común en productos de vegetales, soluciones poliméricas y productos cosméticos. Durante el flujo, estos materiales exhiben tres regiones distintas: la región inferior Newtoniana donde la viscosidad aparente es constante con el cambio de velocidad de deformación llamada límite de viscosidad con nula velocidad de deformación, una región media donde la viscosidad aparente disminuye con la velocidad de corte (la ecuación de la Ley de la potencia es adecuada para describir este fenómeno) y la región superior donde la pendiente de la curva llamada límite de viscosidad a velocidad de corte infinita, es constante con la variación de la velocidad de deformación.

Los factores que influyen en la selección del modelo reológico usado para describir el comportamiento del flujo de un fluido en particular son numerosos. Muchos modelos,

además de la Ley de Potencia, entre ellos, los modelos de plástico de Bingham y de Herschel-Bulkley han sido usados para representar el comportamiento de fluidos no Newtonianos. Los modelos de Cross, Reiner Philippoff, Van Wazer, Powell-Eyring son utilizados en la modelación del comportamiento pseudoplástico en rangos de velocidad de deformación bajo, medio y alto.

Ley de la potencia (Ostwald de Waele). La ecuación que relaciona el esfuerzo cortante con la velocidad de deformación se conoce como la Ley de Potencia o de Ostwald de Waele, es una ecuación empírica que describe sistemas dilatantes y pseudoplásticos, similar a la ecuación de Newton para la viscosidad (ecuación 1), tiene la forma siguiente:

$$\tau = k \left(\frac{dv}{dy} \right)^n \quad (2)$$

Donde τ (N m^{-2}) es el esfuerzo cortante, k ($\text{N s}^n \text{m}^{-2}$) es el índice de consistencia, $\frac{dv}{dy} = \dot{\gamma}$ es la velocidad de deformación y n es el índice de flujo; este último constituye una medida del grado de desviación del comportamiento newtoniano y k es igual al coeficiente de viscosidad. Para fluidos newtonianos, $n=1$; para fluidos pseudoplásticos, $n < 1$; mientras que para fluidos dilatantes, $n > 1$ (Macosko, 1994).

Modelo de Cross. La ecuación que describe una curva de flujo completa, es llamada Modelo de Cross, su autor Malcolm Cross, un reólogo que trabajó en dispersiones de colorantes y pigmentos, encontró que la viscosidad de las suspensiones de muchos podría ser descrito con la ecuación:

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^m} \quad (3)$$

Donde, η es la viscosidad aparente, η_0 y η_{∞} son las viscosidades límite a baja y alta velocidad de deformación, respectivamente, η_0 se denomina también viscosidad newtoniana λ tiene las dimensiones de tiempo, y m es adimensional, ambos son parámetros empíricos. Cuando este modelo se utiliza para describir los líquidos no newtonianos, el grado de adelgazamiento a la cizalla o pseudoplasticidad viene dado por

el valor de m ; si m tiende a cero el fluido tiene más características de líquidos newtonianos, mientras que los fluidos más adelgazantes tienen un valor de m que tiende a la unidad.

Generalmente $\eta_0 \gg \eta_\infty$, por tanto γ es muy pequeña, y η se aproxima a η_0 . A intermedias $\dot{\gamma}$ el modelo de Cross tiene una región Ley de la Potencia. A muy altas velocidades de corte, el lado derecho de la ecuación llega a ser muy pequeño y η se aproxima a η_∞ .

2.3.4 Viscoelasticidad lineal

El término viscoelástico se aplica a materiales que exhiben características viscosas y elásticas cuando son sujetos a una deformación. Las características de los productos viscoelásticos varían desde los líquidos viscosos con propiedades elásticas a los sólidos con propiedades viscosas. Esta mezcla de propiedades puede ser debida a la existencia en el líquido de moléculas muy largas y flexibles o también a la presencia de partículas líquidas o sólidos dispersos. En condiciones normales, no es apreciable la elasticidad debida al estiramiento de los enlaces interatómicos. En los productos viscoelásticos es frecuente que sólo se dé una recuperación parcial, porque la red tridimensional elástica se desintegra bajo el efecto de la tensión. Cuanto más completa y resistente sea esta red, tanto más acusada será la elasticidad. Cuanto más fácilmente se desintegre la red, mayor será el componente viscoso (Barnes, 2000).

En los materiales puramente viscosos, los esfuerzos internos son funciones solamente de la velocidad de deformación instantánea. Un material puramente elástico desarrolla esfuerzos que solamente son funciones de la deformación instantánea. En los materiales viscoelásticos, el esfuerzo es función no solamente de dichas cantidades, sino además también depende de la historia de deformaciones. Por esta razón, a estos materiales se les denomina fluidos con memoria, debido a que las deformaciones previas influyen el estado del presente esfuerzo. Los materiales exhiben propiedades elásticas y viscosas simultáneamente, y la preponderancia de una u otra puede ser medida por medio de una constante de tiempo característico del material, relativa a un tiempo característico de observación.

La forma de caracterizar a los fluidos viscoelásticos es a través de mediciones de las funciones materiales viscoelásticas lineales, la figura 2.10 muestra la zona de

viscoelasticidad lineal. La validez de estas funciones está restringida a deformaciones y velocidades de deformación de pequeña magnitud. La severidad de esta restricción dependerá del grado de linealidad del material. Sin embargo, el comportamiento de cualquier material se aproximará al lineal si éste está sujeto a pequeñas deformaciones o velocidades de deformación (Macosko, 1994).

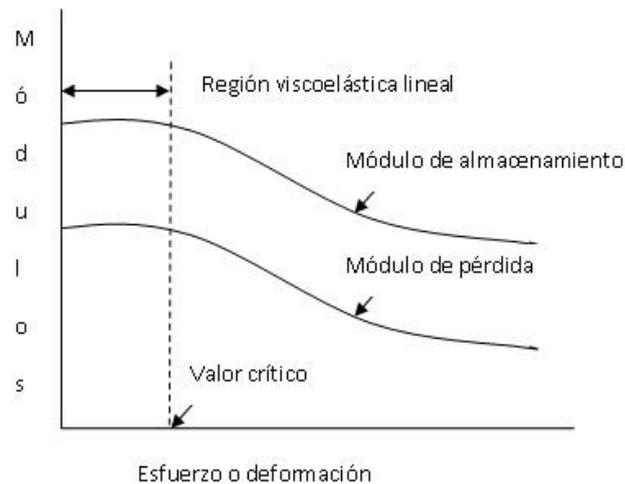


Figura 2.10 Zona viscoelástica lineal

Determinaciones viscoelásticas. El comportamiento viscoelástico de los materiales es muy complejo, pero hay tres técnicas principales que han sido empleadas para su análisis: pruebas de esfuerzo-relajación (stress-relaxation), pruebas “creep” (deformación lenta) y ensayos oscilatorios o dinámicos. Las pruebas de esfuerzo-relajación se aplican a deformación constante, monitoreando la relajación de esfuerzos. Las pruebas “creep” se aplican a esfuerzo constante, monitoreando la deformación resultante. En las pruebas oscilatorias se aplican un esfuerzo/deformación oscilatoria, resultando una deformación/esfuerzo.

Los métodos mecánicos dinámicos de flujo cortante oscilatorios son los más comunes para estudiar el comportamiento de alimentos, estos implican someter a la muestra a una deformación armónica por cizalla de pequeña amplitud de la forma:

$$\gamma = \gamma_0 \text{sen}(\omega t) \quad (7)$$

Para medir la correspondiente tensión de cizalla que aparece en la muestra:

$$\tau = \tau_0 \text{sen}(\omega t + \delta) \quad (8)$$

Dentro de pocos cuantos ciclos de ponerlo en marcha, el esfuerzo también oscila sinusoidalmente a la misma frecuencia pero en general se cambiará por un ángulo de fase δ con respecto a la onda de deformación. El resultado sinusoidal de deformación o esfuerzo, puede encontrarse dentro de una cierta cantidad de la respuesta elástico, el cual está en fase con la entrada, y una correspondiente cantidad de la respuesta viscosa el cual es $\pi/2$ fuera de fase con la entrada. El componente elástico es caracterizado por el módulo de almacenamiento, G' , y la repuesta viscosa es descrito por el complementario módulo de pérdida, G'' .

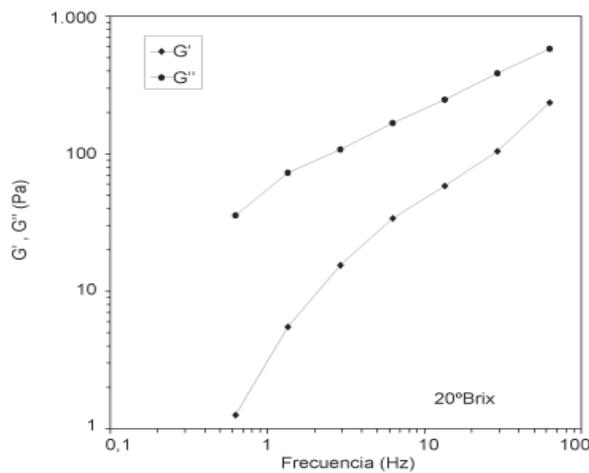


Figura 2.11 Parámetros viscoelásticos G' , componente elástica y G'' , componente viscosa.

En la definición de viscosidad del experimento de esfuerzo simple, se observa que para el caso simple de un fluido newtoniano, el esfuerzo cortante es proporcional a la velocidad de deformación. Para un cuerpo sólido sujeto a esfuerzo, habrá una deformación en lugar de un flujo; el esfuerzo cortante es proporcional a la deformación en lugar de la velocidad de corte.

$$\tau = G \frac{dx}{dy} \quad (9)$$

Donde G (Pa) es el módulo de cizalla (un sólido es elástico).

El desfaseamiento entre la deformación y el esfuerzo puede tomar valores de 0 a $\pi/2$ radianes. Cuando el desfaseamiento es cero radianes entonces el comportamiento del material sigue la Ley de Hooke, que corresponde a un sólido elástico. Por otro lado, cuando el desfaseamiento toma el valor de $\pi/2$, entonces corresponde al comportamiento newtoniano. Para un fluido viscoelástico el ángulo de fase tiene un valor intermedio, 0°

$\delta > 90^\circ$. Las constantes que se determinan bajo condiciones dinámicas se denominan módulos dinámicos y coeficiente dinámico de viscosidad, que se describen a continuación (Barnes, 2000).

El módulo complejo se define como:

$$G^* = G' + iG'' \quad (10)$$

El módulo complejo involucra una cantidad imaginaria. Su magnitud en términos absolutos se expresa como:

$$|G^*| = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2} \quad (11)$$

De esta ecuación se tiene el ángulo de fase: $\tan \delta = \frac{G''}{G'}$ (12)

Los módulos respuesta de la prueba oscilatoria se definen como,

Módulo elástico o de almacenamiento: $G' = G_0 \cos \delta$ (13)

$$G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos \delta \quad (14)$$

Módulo viscoso o de pérdida: $G'' = G_0 \sin \delta$ (15)

$$G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin \delta \quad (16)$$

G' representa la energía almacenada y recuperada por el material en cada ciclo de deformación. G'' representa la energía disipada por el material durante cada ciclo de deformación.

La viscosidad compleja se define como:

$$\eta^* = \frac{G^*(i\omega)}{i\omega} \quad (17)$$

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' \quad (18)$$

A partir de esta ecuación se obtienen las siguientes relaciones:

$$G' = \omega \eta'' \quad (19)$$

$$G'' = \omega \eta' \quad (20)$$

Donde η' es la viscosidad dinámica y η'' es la parte elástica de la viscosidad compleja.

La ecuación más simple de un líquido que manifieste características viscosas y elásticas conjuntamente es la de Maxwell:

$$\tau + \lambda \frac{\partial \tau}{\partial t} = \eta_0 \frac{\partial \gamma}{\partial t} \quad (21)$$

Donde τ es el esfuerzo, λ es el tiempo característico del material, η_0 es la viscosidad y γ es la deformación. En movimientos a régimen permanente, el cambio del esfuerzo con respecto al tiempo es cero, por lo que la ecuación se simplifica a la de un líquido Newtoniano. Mientras, que en movimientos que involucran cambios rápidos de los esfuerzos, el término de la derivada temporal domina y la integración con respecto al tiempo resulta en la ecuación que describe a un sólido elástico o de Hooke.

El modelo de Maxwell en flujo oscilatorio de pequeña amplitud muestra una variación en función de la frecuencia, de manera que en la zona de bajas frecuencias G'' es de mayor magnitud que G' , $\omega^2 \lambda^2 \ll 1$ y los límites de G' y G'' en esta región son:

$$G' = G_0 \omega^2 \lambda^2 \quad (22)$$

$$G'' = G_0 \omega \lambda \quad (23)$$

En la región de altas frecuencias $\omega^2 \lambda^2 \gg 1$, por lo tanto:

$$G' = G_0 \quad (24)$$

$$G'' = G_0 / \omega \lambda \quad (25)$$

Donde $G_0 = \eta_0 / \lambda$, ω es la frecuencia. El cruce de G' con G'' coincide con $\omega_{\text{máx}} = 1/\lambda$.

La figura 2.12 muestra la variación de G' y G'' en función de la frecuencia para el modelo de Maxwell. A muy bajas frecuencias es mucho mayor G'' que G' , por el comportamiento como líquido predomina. Sin embargo, al incrementar la frecuencia, el comportamiento sólido prevalece.

Matemáticamente el comportamiento dado por el modelo de Maxwell está dado por:

$$G'(\omega) = G_0 \frac{\omega^2 \lambda^2}{1 + \omega^2 \lambda^2} \quad (26)$$

$$G''(\omega) = G_0 \frac{\omega \lambda}{1 + \omega^2 \lambda^2} \quad (27)$$

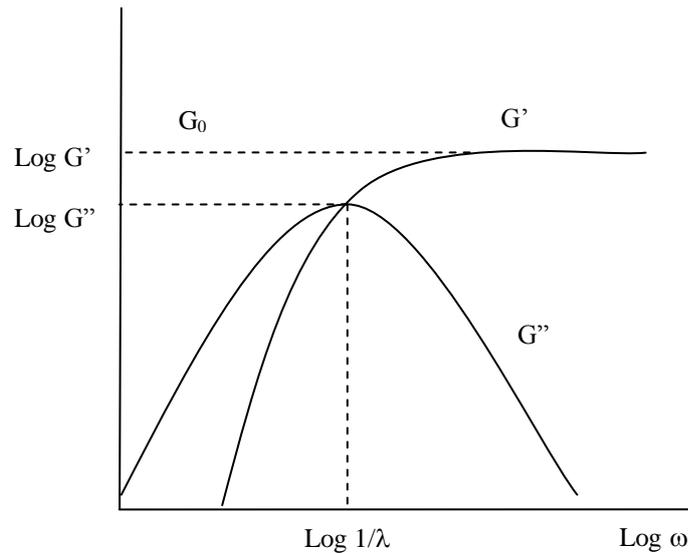


Figura 2.12 Comportamiento típico de Maxwell en la prueba de oscilación.

Efecto Weissenberg. El efecto Weissenberg es una consecuencia directa de un esfuerzo normal que se produce durante la deformación rotacional de un fluido viscoelástico. Cuando un fluido newtoniano es agitado en un recipiente, el movimiento circular origina un remolino (Figura 2.10 (a)). Si el procedimiento se repite para un fluido viscoelástico, el fluido puede ascender por el vástago del agitador (Figura 2.10 (b)), la componente que produce ese ascenso es una componente de tensión dirección perpendicular a la fuerza de cizalladura, quienes a su vez actúan sobre un plano horizontal, esta fuerza es máxima en el centro de la muestra. El efecto Weissenberg ha sido observado en disoluciones de polímeros, leche condensada almacenada durante largo tiempo, miel de eucalipto, masa de harina de trigo y extracto de malta (Muller, 1977). Cuando un material viscoelástico sometido a un flujo cortante, la tensión de las líneas de corriente generadas en el flujo está asociada con el esfuerzo cortante viscoso τ y con la primera y segunda diferencias de esfuerzos normales $N_1 \equiv \tau_{11} - \tau_{22}$ y $N_2 \equiv \tau_{22} - \tau_{33}$, respectivamente. Donde “1” es la dirección del flujo, “2” es perpendicular a las superficies entre las cuales el fluido es deformado y “3” es la dirección neutral. La más alta diferencia de esfuerzos normales es N_1 y es responsable del fenómeno de Weissenberg; para materiales isotrópicos N_1 tiene signo positivo. N_1 es menor que N_1 y usualmente es negativo. (Macosko, 1994).

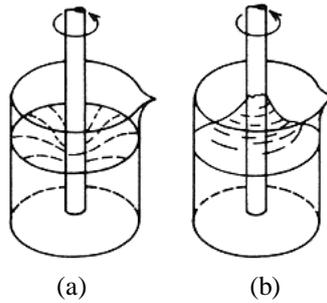


Figura 2.13 Comportamiento de fluidos bajo agitación. (a) Fluido newtoniano; (b) fluido viscoelástico que muestra el efecto Weissenberg.

2.3.5. Reología de mucílago

Las propiedades reológicas y mecánicas de mucílago de nopal han sido objeto de investigaciones. Cárdenas et al. (1997) y Medina-Torres et al. (2000) determinaron que el comportamiento reológico de la goma de mucílago de *Opuntia ficus indica* en solución acuosa es no newtoniano adelgazante al flujo (pseudoplástico), que forma agregados moleculares, y sugieren que este comportamiento pueden deberse su estructura y peso molecular e interacciones del tipo de Vander-Walls, ajustando su respuesta mecánica al flujo mediante el modelo de la Ley de la Potencia y/o Cross, y además se observó que el comportamiento de esta goma depende de la temperatura, la concentración y la fuerza iónica. Otro estudio de Medina-Torres *et al.* (2003) se refiere a la caracterización de las propiedades mecánicas de geles formados por mezclas de goma de mucílago de *Opuntia ficus indica* con carrageninas, observaron un efecto sinérgico del sistema con *k*-carragenina. La adición total y parcial de cáscara a productos semisólidos de frutos de *Opuntia ficus indica* influye en su comportamiento no newtoniano (Cerezal et al., 2007). Guan-Chuah et al. (2008) realizaron un estudio acerca del comportamiento reológico y el efecto de la temperatura en jugo de pitahaya (*Hylocereus sp.*), ellos encontraron un comportamiento no newtoniano del tipo de adelgazamiento al flujo respecto a su viscosidad aparente, el cual sugieren se debe a un re-arreglo de la conformación de las moléculas del biopolímero del jugo en la dispersión debido a la cizalla; el efecto de la temperatura lo describieron con el modelo de Arrhenius, sugieren que es muy estable debido a su energía de activación.

III. METODOLOGÍA

3.1 Pruebas preliminares de extracción y secado de mucílago

Los tallos de pitahaya de la especie *Hylocereus undatus* con una edad de 12 meses, se recolectaron en los campos de cultivo experimentales ubicados en el CIIDIR Oaxaca en enero de 2010. El contenido de humedad (base húmeda) inicial de los tallos fue 86.97%. Las pruebas preliminares para seleccionar el método y las condiciones adecuadas de extracción de mucílago consistieron en emplear dos métodos de extracción acuosa: maceración en frío (Medina-Torres et al., 2000); y escaldado. Para la maceración se consideraron las siguientes condiciones: reducción de tamaño de partícula (tipo de corte de los tallos), relación material/agua desionizada, y tiempo de extracción, para el escaldado se incluyó la temperatura. Las condiciones utilizadas en este estudio se basaron en las empleadas por Sepúlveda et al. (2007) para extraer mucílago de *Opuntia spp.*

El proceso de extracción de mucílago consistió en lavar minuciosamente los tallos con agua potable y un cepillo de cerdas plásticas, luego se seccionaron de dos maneras: 1) en forma de cuadritos pequeños (C) de aproximadamente 1 cm² y 2) como láminas (L) de un espesor de 2 ± 0.3 mm hechos con un rallador de verdura. El material se colocó en un recipiente de acero inoxidable y se agregó agua desionizada a 25°C, se utilizaron dos relaciones material/agua (kgL⁻¹) 1:2 y 1:4. El tiempo y temperatura de extracción para la maceración fue de 3 y 7 días a 5 °C; mientras que para el escaldado fue de 1 y 3 horas, con temperaturas de 50 y 80 °C, respectivamente. Los tallos de mucílago cortados en forma de láminas y la filtración de mucílago (Figura 3.1). Una vez obtenido el mucílago, se separó del material sólido por decantación y con un filtro de malla no. 100 de las partículas finas y se almacenó en bidones en refrigeración a 5 °C para su posterior análisis. La tabla 3.1 muestra el diagrama de las pruebas que se realizaron para la extracción de mucilago, el número de experimentos realizados fueron un total de 24.



Figura 3.1. Extracción acuosa de mucílago, (a) tallos de mucílago cortados en forma de láminas; (b) filtración de mucílago

Tabla 3.1 Condiciones de pruebas preliminares de extracción de mucílago de pitahaya

Muestra	Método	Tipo de corte	Volumen de agua (lt)	Tiempo de extracción	Temperatura de extracción (°C)
1	M	C	2	3 d	6
2	M	L	2	3 d	6
3	M	C	2	7 d	6
4	M	L	2	7 d	6
5	M	C	4	3 d	6
6	M	L	4	3 d	6
7	M	C	4	7 d	6
8	M	L	4	7 d	6
9	E	C	2	1 h	50
10	E	L	2	1 h	50
11	E	C	2	3 h	50
12	E	L	2	3 h	50
13	E	C	2	1 h	80
14	E	L	2	1 h	80
15	E	C	2	3 h	80
16	E	L	2	3 h	80
17	E	C	4	1 h	50
18	E	L	4	1 h	50
19	E	C	4	3 h	50
20	E	L	4	3 h	50
21	E	C	4	1 h	80
22	E	L	4	1 h	80
23	E	C	4	3 h	80
24	E	L	4	3 h	80

M= Maceración; E= Escaldado.

L=En forma de láminas (2 ± 0.3 mm); C= en forma de cuadritos (1cm^2).

d= días

Las muestras de extracto de mucílago, obtenidas de las pruebas preliminares, se secaron por aspersión a $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 20000 rpm . Se determinó el rendimiento y contenido de humedad de los polvos. El método y las condiciones de extracción se seleccionaron de acuerdo al rendimiento y de mucílago fresco, al rendimiento de los polvos y la viscosidad del mucílago.

Se seleccionó un método de extracción con el fin de evitar las variaciones de la concentración de sólidos, la viscosidad del fluido alimentado al secador y la solubilidad del soluto, ya que se ha reportado que los parámetros del fluido alimentado influyen en el proceso de secado por aspersión (Oomah & Mazza, 2001; Walton & Mumford, 1999).

3.2 Secado por aspersión

Para obtener polvos a partir del extracto acuoso de mucílago de pitahaya, se utilizó un secador por aspersión escala piloto, en paralelo, marca NIRO-atomizer (Figura 3.2) equipado con atomizador rotatorio (TS-Menor, M02/A), con las especificaciones indicadas en la tabla 3.2.



Figura 3.2 Secador por aspersión escala piloto Niro-atomizer

El equipo se alimentó con agua durante 10 minutos antes para estabilizar el equipo y después de realizar cada corrida de secado. El extracto acuoso de mucílago se alimentó al secador a temperatura ambiente (25 °C). Para esta investigación, se empleó un diseño factorial 2^3 aumentado con 3 corridas centrales para el secado de mucílago, ya que es el más adecuado, pues permite estudiar el efecto de los factores por separado y en conjunto sobre las variables respuesta; se evaluó efecto de las variables, temperatura del aire de entrada (T_e) de 130 a 170 °C, flujo de alimentación (F_a) de 2.2 a 3.6 L/h y la velocidad de atomización (V_a) de 16000 a 22000 rpm, sobre las propiedades reológicas de los polvos, con el fin de optimizar el proceso de secado. Las variables de este diseño

se basaron en las condiciones de secado por aspersión empleadas para mucílago de nopal *Ofi* (Orozco et al., 2007; León-Martínez et al., 2010). Las corridas se llevaron a cabo por duplicado y de manera aleatoria, esto con el fin de evitar el efecto de factores externos (Tabla 3.3).

Tabla 3.2 Especificaciones de Secador por aspersión Niro-atomizer

Tipo de secador	Mobile Minor, modelo básico
Cámara	Diámetro: 800 x 620 mm/ cono 60°, cámara interna de lámina de AISI 316, revestimiento de acero dulce pintado
Sistema de escape	Dia. Ciclón 140 CHE. Opción: filtro de cartucho
Calentamiento	Calentador eléctrico, 7.5 kW Temperatura máxima de entrada de 350 °C
Equipo de atomización	Atomizador rotatorio, con impulso neumático
Colector de polvos	Único punto en el marco del ciclón
Bomba	Bomba peristáltica, de control infinitamente variable, local. Consumo de potencia: 0.1 kW
Ventilador	Ventilador de escape Motor de ventilador: 0.25 kW / 2900rpm.
Velocidad de secado con temperatura de aire a la entrada de 200 °C	80 Kg/h
Temperaturas máximas de operación	Aire a la entrada 350 °C (662 °F) Aire de salida 120 °C (248 °F)
Capacidad de Secado	Entre 1-7 kg de agua evaporada/h dependiendo de los parámetros escogidos
Requerimientos de espacio	1800 x 925 x 2200 mm
Peso	280 Kg

El diseño experimental elegido se utilizó para ajustar superficies de respuesta, el cual proporciona una distribución razonable de puntos de datos en la región de interés, permite investigar la idoneidad del modelo, incluyendo la falta de ajuste, proporciona una estimación de error interno, no requiere de un gran número de corridas, no requiere demasiados niveles de las variables independientes y, asegura simplicidad de los cálculos de los parámetros de los modelos (Montgomery, 2005).

El análisis estadístico y la optimización de las condiciones de proceso con el método de superficie respuesta en función de las propiedades reológicas y el rendimiento se

realizó con el software NCSS 2007 versión 7.1.10. Los parámetros del modelo reológico de Cross se emplearon como variables respuesta para realizar el análisis estadístico.

Tabla 3.3 Diseño factorial 2^3 con 3 puntos centrales

Tratamiento	Te (°C)	Va (rpm)	Fa (Lh⁻¹)
T1	130	16000	2.2
T2	170	16000	2.2
T3	130	22000	2.2
T4	170	22000	2.2
T5	130	16000	2.8
T6	170	16000	2.8
T7	130	22000	2.8
T8	170	22000	2.8
*C1	150	19000	2.5
*C2	150	19000	2.5
*C3	150	19000	2.5

*Puntos centrales

3.3 Propiedades físicas del extracto acuoso y los polvos

Se determinaron los grados Brix del extracto de mucílago alimentado al secador, el rendimiento y el contenido de humedad de los polvos secados por aspersión.

3.3.1 Grados Brix

Los grados Brix, representan los azúcares solubles presentes en el extracto acuoso del mucílago alimentado al secador, se midieron con un refractómetro manual con compensación de temperatura (Westover, modelo RHB-32ATC). El procedimiento consistió en colocar una o dos gotas de mucílago en el prisma del refractómetro, luego se dirigió hacia un espacio para hacer incidir luz natural y se tomó el valor indicado en la escala, las mediciones se hicieron por triplicado.

3.3.2 Rendimiento

El rendimiento de extracción se obtiene al calcular el porcentaje de mucílago extraído con relación al peso de tallos y de agua empleados para llevar a cabo la extracción.

El rendimiento de polvos secos obtenidos se determinará con la siguiente relación (León et al., 2010):

$$y = \frac{(PV_2 - PV_1) - X_{bh}(PV_2 - PV_1)}{V_M S_T} 100 \quad (28)$$

Donde, PV_2 es el peso del vaso+polvos en g; PV_1 , masa del vaso a peso constante en g; S_T , sólidos totales en g/L; V_M , volumen alimentado de mucílago en L; X_{bh} , contenido de humedad del polvo en base húmeda.

El peso del vaso vacío y limpio se colocó en una estufa a 90 °C durante 30 min, luego se retiró y se dejó enfriar en un desecador, para después pesarlo en una balanza digital (OHAUS, modelo NIH110), esta operación se repitió hasta llegar a peso constante. El vaso con la muestra se pesó inmediatamente después de cada corrida, manteniéndolo cerrado y dejándolo enfriar en un desecador por 10 minutos antes de pesarlo.

Sólidos totales. El contenido de sólidos totales se determinó empleando la norma mexicana para determinar sólidos totales en leche, adaptada para mucílago de nopal (NMX-F-510-1988), de la siguiente manera. La muestra se homogeneizó, evitando la formación de espuma; se midieron 2 cm³ de mucílago y se colocaron en una cápsula a masa constante, con una cama de gasa. La cápsula se dispuso sobre un baño de vapor, hasta sequedad, luego se transfirió a la estufa y se dejó secar durante 3 horas a 98-100 °C. Después de este tiempo, la cápsula se dejó enfriar en un desecador y se pesó el residuo. Las determinaciones se realizaron por duplicado. La ecuación utilizada fue la siguiente:

$$S_T (g / L) = \left(\frac{P_2 - P_1}{M} \right) 1000 \quad (29)$$

Donde, P_2 es la masa de la cápsula con residuo seco, en gramos (g); P_1 es la masa de la cápsula con la cama de gasa, en gramos (g); M es el volumen de la muestra en centímetros cúbicos (cm³).

3.3.3 Contenido de humedad

El contenido de humedad de los tallos en fresco se determinó con una balanza de radiación infrarroja (AND, modelo AD-4714A), para lo cual se ajustaron los

parámetros del equipo; tiempo= 90 min y temperatura= 100°C de secado, luego se taró el equipo con la charola, y se colocaron de 3-4 g de muestra, procurando que sea una operación rápida. El porcentaje de humedad se leyó en la pantalla de LCD del equipo directamente. Las determinaciones se realizaron por duplicado.

La humedad de los polvos de mucílago se determinó mediante la técnica para azúcares AOAC (1984) en una estufa al vacío, que consistió en colocar de 2-5 g de muestra en recipientes de aluminio, a peso constante (Figura 3.3). Luego el recipiente se trasladó a una estufa a una temperatura de 60 °C por 2 h bajo una presión de vacío de 6.7 kPa, con un desecante (CaSO_4) en el interior, para remover el vapor de agua durante el secado. El recipiente se retiró de la estufa y se colocó en un desecador antes de pesarlo. El proceso se repitió, por intervalos de una hora hasta que el cambio de peso sucesivo fue menor a 2 mg. Las determinaciones se realizaron por duplicado.



Figura 3.3 Determinación del contenido de humedad de los polvos.

3.3.4 Determinación de pH

El pH del mucílago fresco y rehidratado se determinó con el método AOAC (1984) empleando un potenciómetro digital (Orion, modelo 420 A), el cual se calibró antes de realizar las mediciones, usando dos soluciones buffer de calibración de pH 4 y 7. El electrodo del potenciómetro se sumergió en el mucílago, cubriendo perfectamente el sensor y se tomó la lectura del pH de la pantalla, luego el electrodo fue retirado y se enjuagó con agua destilada.

3.4 Propiedades reológicas de mucílago reconstituido

Las mediciones de las propiedades reológicas se realizaron por duplicado.

3.4.1 Preparación de soluciones reconstituidas de mucílago

Se prepararon soluciones acuosas en concentraciones de 3% y 6% (p/v), para ello los polvos se dispersaron en agua desionizada con agitación magnética durante 2 horas a temperatura ambiente (León et al., 2010).

3.4.2 Medición de propiedades reológicas

Las reometrías se efectuaron en un reómetro de esfuerzo controlado (Modelo AR-G2 TA Instruments) que se muestra en la figura 3.4, empleando la geometría de cilindros concéntricos (diámetro del cilindro exterior = 21.96 mm, diámetro del cilindro interno = 20.38 mm, altura = 59.50, gap= 500 μm), a temperatura constante de 25 °C, la cual se mantuvo con un baño de agua recirculatorio (Cole Parmer) y un calentador AG2.



Figura 3.4 Reómetro de esfuerzo controlado modelo AR-G2

Comportamiento al flujo. El comportamiento viscoso se analizó en flujo de cizalla simple, a velocidades de corte en un rango de 1 a 600 s^{-1} . Los datos experimentales de las soluciones de mucílago reconstituido se ajustaron al modelo de Cross, el cual se expresa en la siguiente ecuación:

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^m} \quad (3)$$

Donde, η viscosidad cortante (Pa.s), $\dot{\gamma}$ es la velocidad de deformación (s^{-1}), λ es el tiempo de relajación (s), m es el índice de flujo [$m=1-n$] (adimensional), and η_{∞} and η_0

son las viscosidades límite (Pa.s) a alta y baja velocidad de deformación, respectivamente (Kirkwood & Ward, 2008).

Medidas de flujo oscilatorio. Para determinar las propiedades viscoelásticas lineales, se estableció inicialmente la zona lineal con pruebas de barrido de frecuencia a 1, 10 y 100 Hz; posteriormente se siguió la evolución del módulo de almacenamiento G' y de pérdida G'' y la viscosidad dinámica con la frecuencia en un rango de 1 a 300 rad/s, con pruebas de cizalla oscilatoria de baja amplitud.

3.5 Distribución de tamaño de partícula de mucílago reconstituido

La distribución (DTP), el tamaño de partícula $D(0,5)$ y el diámetro “De Brouckere” $D(4,3)$ de los polvos resuspendidos al 6 % (p/v) fueron determinados con un analizador de tamaño de partícula Mastersizer 2000 (Malvern Instrument Ltd, UK) mediante difracción de rayo láser, con las siguientes condiciones: I.R de la suspensión, 1.34; I.R. del agua, 1.330; Absorbancia, 0.1 (León et al., 2010). Las soluciones de mucílago al 6% se prepararon con agua desionizada (pH~5-6) por agitación magnética continua durante 2h.

3.6 Microscopia electrónica de barrido

La morfología de los polvos de los tratamientos T1 y T3 (Tabla 3.3), fue analizada con micrografías obtenidas de un microscopio electrónico de barrido (marca JEOL, modelo JSM5900-LV). La muestra se colocó sobre un portamuestras de aluminio, el cual contenía carbón adhesivo, luego se recubrió con oro, para tener una mejor conducción; las imágenes fueron tomadas con el detector de electrones secundarios, a diferentes ampliaciones.

3.7 Temperatura de transición vítrea

Las pruebas de calorimetría de la muestra del tratamiento T1 (Tabla 3.3), se realizaron en un calorímetro diferencial de barrido (DSC 822e marca METTLER TOLEDO), el equipo se calibró con indio. Las muestras se corrieron a un rango de temperatura de 0 a

100°C con una velocidad de calentamiento de 1°C/min; primero se opero con un blanco vacío y uno de zafiro y después con la muestra.

3.8 Espectroscopia de absorción infrarroja

Las características estructurales del mucílago en polvo fueron determinadas usando un espectrofotómetro de radiación infrarroja por transformada de Fourier (IR-FT) Perkin Elmer, Modelo Spectrum RXI. La técnica que se utilizó para este análisis es el de las pastillas de KBr (Somboonpanyakul et al., 2006; Zhao et al., 2007). En su preparación se partió de 1 mg de muestra y 100 mg de bromuro de potasio que se molieron y mezclaron en un mortero de ágata. Luego, la mezcla se comprimió en un molde a suficiente presión (10-15 Ton) para producir una pastilla que se colocó en el correspondiente portamuestras para medir el espectro infrarrojo en el rango de frecuencia de 4400-400 cm^{-1} .

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Selección del método de extracción de mucílago

Los resultados de rendimiento de extracción y secado, así como contenido de humedad de los polvos obtenidos en pruebas preliminares se muestran en la tabla 4.1. El rendimiento de mucílago obtenido con el método de escaldado (muestras 9 a 24, Tabla 4.1) fue mayor que el rendimiento de las muestras extraídas por maceración (muestras 1 a 8, Tabla 4.1). El efecto de la relación material:agua en el rendimiento de mucílago mostró una tendencia a incrementar con una relación 1:4, debido a que se adicionó mayor volumen. Sepúlveda et al. (2007), Ooham & Mazza (2001) reportaron que la relación material:agua para el caso de goma de semillas de linaza tiene un efecto significativo en el rendimiento. La extracción de mucílago de pitahaya fue ligeramente afectada por la reducción de tamaño de partícula, se obtuvo mayor rendimiento cuando el tipo de corte fue en forma de cuadritos, esto puede atribuirse al área expuesta para extraer el mucílago.

El tiempo para la técnica de maceración no influyó en el volumen de mucílago extraído. Para el escaldado, los parámetros de tiempo y temperatura no influyeron notablemente en el rendimiento. Sin embargo, el método de escaldado ofrece además la ventaja de ser más rápido que la maceración. El rendimiento de mucílago de pitahaya obtenido en este estudio fue mayor a 1.33 a 1.56 % (peso fresco) reportado por Sepúlveda et al. (2007), lo cual puede atribuirse a la temperatura empleada, las condiciones ambientales, la época de corte, la edad de los tallos y a la especie empleada. Sepúlveda et al. (2007) encontraron que el mucílago en cladodios de *Opuntia* representa un 17.9% (base seca), y que este valor puede variar dependiendo de la edad de corte y las condiciones ambientales, tales como época de frío y lluvia debido a la habilidad de estos polisacáridos para absorber agua como una defensa de la planta contra las condiciones de estrés (Goldstain et al., 1991; Saag et al., 1975). Adicionalmente, el pH del mucílago extraído fue de 4.64 a 5.71, estos valores son similares con los reportados por Rodríguez et al. (1988) para jugo de cladodios de *O. inermis*.

Tabla 4.1 Rendimiento de extracción, rendimiento de secado y contenido de humedad de polvos de pruebas preliminares

Muestra	Rendimiento extracción (%)	Rendimiento de secado (%)	Contenido de humedad (% bs)
1	55.27	19.84	5.08
2	68.10	10.30	5.68
3	49.50	4.64	5.86
4	61.37	12.20	5.65
5	69.14	1.52	6.27
6	61.06	9.55	6.59
7	71.42	2.72	6.81
8	71.36	4.34	5.87
9	61.53	2.52	5.39
10	60.17	12.42	5.79
11	64.90	13.12	5.28
12	65.30	20.20	5.80
13	66.00	3.58	4.89
14	65.60	27.92	6.42
15	64.33	18.53	6.57
16	0.00	*	*
17	77.70	8.41	5.45
18	73.32	1.10	5.32
19	79.28	5.39	5.97
20	78.96	26.27	5.12
21	79.22	8.28	5.55
22	77.98	51.24	6.45
23	79.34	44.57	4.13
24	78.36	3.151	4.38

Las condiciones de extracción influyeron en el rendimiento de secado de los extractos de mucílago, esto puede atribuirse a la diferencia en el contenido de sólidos entre cada muestra, ya que las condiciones de secado fueron las mismas (temperatura del aire de entrada 150 °C y velocidad de atomización de 20000 rpm). El contenido de sólidos determinados por los grados Brix fueron de 0.6 a 2 °Brix para mucílago obtenido mediante escaldado, mientras que para el obtenido por maceración fue de 0.2 a 1.2 °Brix, El contenido de sólidos para las muestras con mayor rendimiento de secado (22 y 23 de la tabla 4.1) fue 1 y 1.4 °Bx, respectivamente, esto sugiere que cuando el contenido de sólidos es menor, se obtiene un mayor rendimiento. El incremento del rendimiento está relacionado con un bajo contenido de sólidos lo que se refleja en la viscosidad del fluido alimentado (Oomah & Mazza, 2001). Las muestras con menor relación material/agua fueron considerablemente más viscosas, de acuerdo a las mediciones hechas con un viscosímetro Brookfield. Las viscosidades de las muestras 22 y 23 (Tabla 4.1) fueron 107 y 300 cp. El contenido de humedad en base seca de los polvos varió entre 4.1 y 5.1 %, lo que sugiere en principio mayor estabilidad de los

polvos de pitahaya. El método y las condiciones seleccionadas de acuerdo al rendimiento de extracción y de secado fue la empleada para la muestra 22 (Tabla 4.1).

4.2 Efecto de las condiciones de secado en las propiedades físicas de los polvos

Los resultados de rendimiento (γ) y contenido de humedad (% b. s.) de los polvos de mucílago secados por aspersion, así como la temperatura del aire a la salida de la cámara de secado (T_s) se muestran en la tabla 4.2. El análisis estadístico mostró efectos significativos de la temperatura en el rendimiento, el contenido de humedad y T_s , mientras la velocidad de atomización tuvo un efecto significativo en el contenido de humedad para un $\alpha=0.05$ (Anexo 1).

Tabla 4.2 Rendimiento, contenido de humedad de los polvos y temperatura del aire a la salida del secador

Tratamiento	Rendimiento (%)	Contenido de humedad (% bs)	T_s (°C)
T1	80.25 ± 7.22	7.95 ± 0.52	70.5 ± 2.47
T2	57.23 ± 5.72	1.79 ± 0.11	88.0 ± 1.41
T3	75.42 ± 2.81	7.76 ± 0.81	58.5 ± 1.77
T4	64.12 ± 0.39	5.10 ± 0.03	75.5 ± 0.35
T5	71.05 ± 5.93	3.40 ± 0.06	71.0 ± 2.12
T6	64.46 ± 0.04	5.12 ± 0.18	63.0 ± 8.49
T7	85.54 ± 2.66	9.57 ± 0.20	56.0 ± 0.71
T8	70.40 ± 2.78	3.05 ± 0.01	78.5 ± 1.06
C1	55.15 ± 6.27	5.48 ± 0.63	73.5 ± 1.06
C2	71.98 ± 7.90	6.17 ± 0.60	74.0 ± 0.71
C3	75.23 ± 8.81	6.39 ± 0.35	73.5 ± 1.06

bs= base seca; T_s = temperatura de aire a la salida del secador

4.2.1 Efecto en el rendimiento

El mayor rendimiento fue obtenido en el tratamiento 7 (Tabla 2), que resulta de una combinación de una temperatura del aire de entrada baja y altas velocidades de atomización y de flujo de alimentación. La temperatura del aire de entrada es el factor más importante sobre los rendimientos obtenidos, se encontró una tendencia de un incremento del rendimiento al disminuir la temperatura. Este comportamiento se atribuyó a que el aumento de T_e causó la adherencia de los polvos en la pared de la cámara de secado, reduciéndose la producción de polvos y el rendimiento. Obón et al. (2009) señala que bajas temperaturas originan que el comportamiento gomoso y

pegajoso de las partículas disminuya, además que temperaturas superiores a 180°C degradan los compuestos presentes del jugo de tuna.

Los resultados de rendimiento de secado fueron congruentes con los obtenidos por Obón et al. (2009) para colorante de jugo de *Opuntia stricta*, Goula & Adamopoulos (2005) para pulpa de tomate, Chegini & Ghobadian (2007) para jugo de naranja, León-Martínez et al. (2010) para mucílago de nopal *Ofi*. Estos autores sugieren que la recuperación de productos ricos en azúcares secados por aspersión es afectada por las altas temperaturas ya que se promueven cambios en la estructura del material y en el estado termoplástico del polímero y la deposición en la pared del secador incrementa; aún cuando las altas temperaturas aumentan la velocidad de secado y reducen el tiempo de operación.

El efecto positivo de la velocidad de atomización sobre el rendimiento pudo atribuirse a que el área de superficie contacto fue mayor cuando V_a se incrementó, favoreciendo la deshidratación, ya que transferencia de calor y masa aumentó; Abadio et al. (2004) reporta que un incremento de la velocidad de atomización reduce el tamaño de partícula, lo que provoca un aumento de la superficie de contacto. León-Martínez et al. (2010) señalan que la V_a tiene un efecto positivo con respecto al rendimiento de polvos, el cual es más evidente a altas velocidades de F_a , estos autores sugieren que se debe al efecto compartido de ambas en el tamaño de las gotas en la atomización y su transferencia de calor y masa.

El efecto del flujo de alimentación en el rendimiento de secado fue poco notorio, es decir la diferencia F_a no influyó en la recuperación de los polvos. León-Martínez et al. (2010) sugieren una relación inversa del F_a con la recuperación de polvos debido a que existe una menor transferencia de calor y masa. Chegini & Ghobadian (2007) obtuvieron mayores rendimientos a F_a bajos, esto lo atribuyen a que el secado es correcto pues es menor cantidad de fluido es atomizado en la cámara de secado y se logra eliminar mayor cantidad de humedad aún cuando el tiempo de secado es mayor.

Los rendimientos obtenidos a las diferentes condiciones de operación empleadas fueron menores a 100%, esto es debido a que el producto seco se quedó adherido y acumulado en las paredes del secador y del ciclón, lo cual dificultó su recuperación causando una pérdida parcial. Las variaciones de las condiciones de velocidad y humedad del aire comprimido, presión de atomización fueron factores difíciles de controlar y estos pueden afectar el rendimiento de secado, esto se observa en las desviaciones estándar de la tabla 4.2.

Los rendimientos de polvos de mucílago de pitahaya de este estudio fueron mayores a los obtenidos por León-Martínez et al. (2010) para polvos de mucílago de nopal *Opuntia ficus indica*, esto puede atribuirse a factores como la concentración de sólidos y viscosidad del fluido alimentado, relacionadas con las condiciones de extracción de mucílago. La relación material:agua empleada fueron para nopal 1:3 y pitahaya 1:4, Oomah y Mazza (2001) mencionan que un incremento de la concentración de sólidos aumenta la viscosidad del extracto, debido al aumento de la relación material:agua pero se reduce la recuperación de polvos un alto contenido de sólidos. Además, la temperatura y el tiempo de extracción de mucílago de nopal fueron mayores, 86°C y 3.6 h; mientras que para pitahaya fueron 80°C y 1h, causando probablemente por una ruptura inicial mayor de las cadenas del polímero en el mucílago de nopal.

4.2.2 Efecto en el contenido de humedad

El contenido de humedad (% en base seca) de los polvos de mucílago de pitahaya fue menor al 10% (Tabla 4.2), esto asegura la estabilidad del producto. El análisis de varianza ($\alpha=0.05$) mostró que hubo un efecto significativo de las variables temperatura del aire de entrada y velocidad de atomización en el contenido de humedad. Los mínimos valores de humedad se obtienen a altas Te, esto se atribuye a que la fuerza impulsora para remover la humedad aumenta si la diferencia entre la temperatura del medio de secado (aire) y las partículas es mayor, produciendo polvos con menor contenido humedad. Estos resultados son congruentes con los obtenidos en tomate (Goula & Adamopoulos, 2005), tuna (Obón et al., 2009), naranja (Chegini & Ghobadian, 2007; Goula & Adamopoulos, 2010), arilo Gac (*Momordica cochinchinensis*; Kha et al., 2010) y mucílago de *Opuntia ficus indica* (León-Martínez et al., 2010).

El menor contenido de humedad se encontró para el tratamiento 2 (Tabla 4.2), con una combinación de una temperatura del aire de entrada alta, una baja velocidad de atomización y de flujo de alimentación. La diferencia de la temperatura entre el medio de secado (aire) y las partículas es mayor, entonces la humedad se elimina más rápido (Rodríguez et al. 2005; Obón et al., 2009). Adicionalmente, la humedad del aire de secado puede ser un factor que influya en la humedad residual de los polvos. Kha et al. (2010) y Goula & Adamopoulos (2005) sugieren que el incremento de Te ocasiona una

mayor pérdida de agua debido al incremento de la velocidad de transferencia de calor de las partículas, causando una remoción más rápida de la humedad.

El aumento de la velocidad de atomización produjo polvos con menor humedad, esto se atribuyó que el tamaño de gota fue menor ocasionando un incremento de superficie de contacto entre el aire y las partículas, lo que permitió una mayor deshidratación del producto. Abadio et al. (2004) reportaron el efecto de la velocidad de atomización en el secado de jugo de piña y sugiere que la relación de V_a con el tiempo de permanencia de la partícula en la cámara de secado y la superficie de contacto aire-partícula. El flujo de alimentación influyó ligeramente en el contenido de humedad de los polvos, sin embargo un decremento de F_a produjo gotas de menor tamaño, lo cual incremento el área de contacto con el aire caliente y ocasiona una mayor eliminación de la humedad. Un incremento del F_a significa que un mayor grado de humedad del fluido atomizado deber ser removido, por lo que el tiempo de residencia en la cámara de secado es mayor (León-Martínez et al., 2010; Chegini & Ghodabian, 2007; Goula & Adamopoulos, 2005).

En general los resultados de contenido de humedad de los polvos de mucílago de pitahaya de este trabajo fueron menores a los obtenidos por León-Martínez et al. (2010), esto pudo sugerir que el producto de esta investigación sea menos higroscópico y más soluble. Goula & Adamopoulos et al. (2005) mencionan que la humedad residual de los polvos influye en otras propiedades del polvo como la densidad volumétrica y la solubilidad. Un menor contenido de humedad favorece la solubilidad de los polvos, disminuye su higroscopicidad y aumenta su temperatura de transición vítrea (T_g), debido a que el efecto plastificante del agua disminuye. Kha et al. (2010) señalan que si el contenido de humedad es alto se tiene un mayor grado de agregación debido a la naturaleza gomosa del producto.

4.2.3 Efecto en la temperatura del aire a la salida

El rango de temperatura del aire a la salida de la cámara de secado (T_s) fue de 56 a 88 °C (Tabla 4.2). El incremento de T_s se obtuvo cuando la temperatura de secado fue alta y la velocidad de atomización baja. La temperatura de salida depende de factores como la temperatura del aire a la entrada, la atomización y las características del fluido alimentado (Goula & Adamopoulos et al., 2005). Obón et al. (2009) y León-Martínez et al. (2010) sugieren que las altas temperaturas del aire a la salida de la cámara de secado

están estrechamente relacionadas con las altas temperaturas del aire a la entrada, al igual que los bajos flujos de alimentación.

El contenido de humedad de los polvos disminuyó cuando T_e y T_s fueron altas. El menor contenido de humedad correspondió a la más alta temperatura de salida. La humedad residual del producto es controlada por la temperatura de salida (León-Martínez et al., 2010; Goula & Adamopoulos, 2005). El incremento de la temperatura de salida se relacionó con un menor rendimiento del producto. Oomah & Mazza (2001) señalan que un incremento en la temperatura del aire a la salida favorece la recuperación de los polvos, el mayor rendimiento lo obtienen cuando T_s es 85°C, mientras que para este trabajo, la más alta recuperación de polvos se logró cuando T_s es 88°C. El comportamiento de productos con alto contenido de azúcares se relaciona con su temperatura a la salida del secador, la cual es aproximada a T_s (Goula & Adamopoulos, 2005, 2010).

Inicialmente las gotas fueron dispersadas individualmente en un gran volumen del secador, evitando la aglomeración aunque el alto contenido de humedad de las partículas produce la pegajosidad de las mismas. Hacia las partes bajas de la cámara de secado o en las zonas de recirculación de aire, las partículas ya son sólidas y no deberían presentar el comportamiento pegajoso (gomoso) ni aglomerarse. Sin embargo, debido a la presencia del alto contenido de azúcares, la superficie de las gotas permanecieron plásticas por la alta temperatura del producto, la cual es generalmente aproximada a la temperatura de salida del producto (Goula & Adamopoulos, 2005).

4.3 Propiedades reológicas

4.3.1 Comportamiento al flujo

El comportamiento al flujo de cizalla simple que exhibieron las muestras de mucílago reconstituido es no Newtoniano del tipo pseudoplástico adelgazante a la cizalla, lo que indica que su viscosidad disminuye al incrementar la velocidad de deformación como se muestra en la figura 4.1. La disminución de la viscosidad con la velocidad de corte se atribuyó a la ruptura de la estructura interna del fluido, unido por interacciones físicas entre las moléculas, a medida que aumenta la velocidad de corte, por lo que las fuerzas se debilitan y las moléculas se orientan a lo largo de las líneas de flujo.

El comportamiento adelgazante ha sido reportado Cárdenas et al. (1997), Medina-Torres et al. (2000) en goma de mucílago de nopal *Opuntia ficus indica*; Orozco et al. (2007) y León-Martínez et al. (2010) en mucílago de nopal *Ofi*; Koocheki et al. (2009) para mucílago de *Alyssum homolocarpum*; Guan-Chuah et al. (2008) en jugo de *Hylocereus sp.*; Sopade et al., 2008 en espesantes comerciales elaborados a base de goma guar, almidón modificado y goma xantana. Estos autores atribuyen la pseuoplasticidad a la presencia de componentes de alto peso molecular que se alinean en dirección del flujo resultante cuando la rapidez de deformación se incrementa, lo que causa menores interacciones entre las cadenas adyacentes, y en consecuencia la viscosidad se reduce.

Guan-Chuah et al. (2008) mencionan que el comportamiento adelgazante indica que el alto contenido de agua en las soluciones contribuye con un efecto lubricante entre las partículas, mientras, las moléculas del biopolímero del jugo en la dispersión sufren el re-arreglo en la conformación debido a la deformación aplicada. Simas et al. (2010), sugieren que las cadenas de polisacáridos de gomas, como el exudado de goma de durazno, se expanden en agua debido a la repulsión intermolecular electrostática, lo que induce a formar soluciones más viscosas.

Li et al. (2009) indican que el comportamiento adelgazante (“shear-thinning”) de la goma arábica, un polisacárido altamente ramificado, a bajas velocidades de corte es atribuido a la presencia de micro-agregados en solución, de manera similar a la pectina en disociación. El fenómeno se explica con la estructura de la goma arábica que puede considerarse como moléculas en forma de gránulos, los cuales al disolverse forman agregados, esto es particularmente más pronunciado cuando las soluciones acuosas son secadas por aspersion. Cuando la deformación es aplicada los agregados se disocian en pequeñas entidades. El adelgazamiento a la cizalla refleja la presencia del equilibrio de asociación de las moléculas de goma arábica y la orientación de los polímeros lineales en solución.

Las propiedades mecánicas al flujo de los polímeros son influenciadas por la concentración, la fuerza iónica, el pH, el peso molecular, la temperatura, el grado de ramificación (Barnes, 2000; Li et al., 2009; Muller, 1977). Un bajo grado de ramificación de los polímeros, con igual WM, generalmente disminuye la viscosidad, ya que las cadenas son más compactas. Si la ramificación es alta para un PM alto ($\sim 10^6$) la viscosidad aumenta debido a que las estructuras tienen dificultad para moverse. En el caso de mucílago *Ofi* se ha encontrado PM de 2.3×10^4 y 4.3×10^6 (Medina et al., 2000; Trachtenberg y Mayer, 1982), esto podría explicar la viscosidad en la zona newtoniana

(figura 4.1). En casi todos los polímeros, las ramificaciones resultan en una baja viscosidad a altas velocidades de corte (Barnes, 2000) como se encontró en las curvas de viscosidad.

4.3.2 Efecto de la concentración en la viscosidad del mucílago reconstituido

El efecto de la concentración en la viscosidad del mucílago rehidratado se muestra en la figura 4.1, al incrementar la concentración de las soluciones de 3 a 6% la viscosidad también aumentó, esto se atribuyó al incremento de la agregación. Este comportamiento ha sido reportado por Cárdenas et al. (1997), Medina-Torres et al. (2000) para goma de mucílago de *Ofi* y León-Martínez et al. (2011) para mucílago de *Ofi*; Koocheki et al. (2009) para mucílago de *Alyssum homolocarpum*; en pasta y soluciones de polvo de tomate (Abu-Jdayil et al., 2004). El incremento de la concentración está relacionado con el aumento del contenido de sólidos y asociado a un incremento en el número de moléculas que mejoran las interacciones intermoleculares lo que causa un incremento en la viscosidad (Sopade et al., 2008; Li et al., 2009).

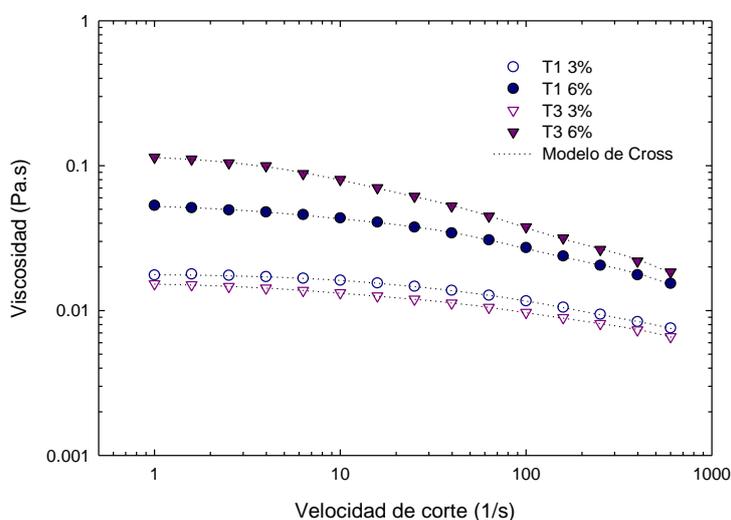


Figura 4.1 Efecto de la concentración en la respuesta viscosa

La viscosidad es directamente proporcional al peso molecular, el cual depende de la configuración de la cadena polimérica, ya que los entrecruzamientos aleatorios presentes dificultan el flujo; sin embargo, a altas velocidades de corte los entrecruzamientos desaparecen, las cadenas se deslizan una sobre otra y la respuesta viscosa depende solo de la concentración (Barnes, 2000).

En todos los casos, el comportamiento adelgazante del mucílago de pitahaya rehidratado se ajusto al modelo de Cross (ecuación 3), un modelo no lineal que incluye una zona newtoniana a baja velocidad de cizalla. Los valores de los parámetros del modelo de Cross con una $R^2 > 0.95$ se muestran en la tabla 4.3. Los valores de η_0 mayores se refieren a una mayor viscosidad a baja velocidad de cizalla, η_0 disminuyó al aumentar la velocidad de atomización y el flujo de alimentación. El parámetro λ indica el tiempo característico del material, es decir, el tiempo en el cual las cadenas poliméricas en la solución de mucílago sufren un cambio conformacional por el incremento de la velocidad de deformación. Los mayores valores de λ significan que la zona Newtoniana permanece más tiempo antes de pasar a la zona pseudoplástica. La magnitud de m está relacionada con el índice de flujo, el incremento de m sugiere un comportamiento adelgazante más pronunciado; m tiende a cero para fluidos más Newtonianos, mientras para fluidos más pseudoplásticos m tiende a la unidad (Barnes, 2000).

Tabla 4.3 Parámetros del modelo de Cross para mucílago reconstituido

3%				
Parámetros del modelo de Cross				
Muestra	η_0 (Pa.s)	λ (s)	m	R^2
T1	0.018 ± 0.001	0.008 ± 0.001	0.66 ± 0.06	0.999
T2	0.022 ± 0.001	0.018 ± 0.001	0.33 ± 0.01	0.997
T3	0.017 ± 0.001	0.009 ± 0.003	0.47 ± 0.04	0.994
T4	0.005 ± 0.000	0.003 ± 0.000	0.59 ± 0.01	0.999
T5	0.006 ± 0.001	0.002 ± 0.001	0.92 ± 0.16	0.987
T6	0.019 ± 0.009	0.023 ± 0.002	0.55 ± 0.03	0.992
T7	0.014 ± 0.003	0.007 ± 0.004	0.55 ± 0.05	0.999
T8	0.013 ± 0.001	0.006 ± 0.000	0.80 ± 0.03	0.999
C1	0.007 ± 0.000	0.002 ± 0.000	0.67 ± 0.06	0.971
C2	0.006 ± 0.000	0.001 ± 0.001	0.58 ± 0.04	0.999
6%				
T1	0.057 ± 0.001	0.0149 ± 0.001	0.56 ± 0.14	0.999
T2	0.074 ± 0.015	0.0340 ± 0.005	0.47 ± 0.03	0.999
T3	0.132 ± 0.058	0.0600 ± 0.002	0.64 ± 0.02	0.994
T4	0.011 ± 0.001	0.0035 ± 0.000	0.78 ± 0.01	0.999
T5	0.011 ± 0.002	0.0012 ± 0.000	0.46 ± 0.06	0.996
T6	0.062 ± 0.005	0.0165 ± 0.001	0.49 ± 0.05	0.998
T7	0.060 ± 0.009	0.0194 ± 0.006	0.52 ± 0.06	0.998
T8	0.037 ± 0.003	0.0119 ± 0.005	0.75 ± 0.17	0.999
C1	0.024 ± 0.005	0.0042 ± 0.000	0.58 ± 0.15	0.999
C2	0.025 ± 0.004	0.0221 ± 0.003	0.31 ± 0.02	0.999

Los valores de η_0 y λ fueron mayores cuando la concentración del mucílago se incrementó, mientras que los valores de m disminuyeron. El aumento de la concentración provocó que la pseudoplasticidad sea más pronunciada, este efecto ha sido reportado por Cui et al. (1993) para mucílago de mostaza, Medina-Torres et al. (2000) para goma de mucílago de *Ofi*, León-Martínez et al. (2011) para mucílago de nopal *Ofi* y Salvador et al. (2001) en dispersiones de mezclas de goma xantana-gelatina procesadas por secado por aspersion.

4.3.3 Propiedades elásticas

La primera diferencia de esfuerzos normales (N_1) en flujo cortante estacionario es una función material que permite la evaluación de propiedades elásticas. Las propiedades de flujo elásticas pueden absolutamente ser importantes para muchas aplicaciones industriales como recubrimiento, textura, etc. Algunas aplicaciones empíricas de extractos de cactus que contienen mucílago como pinturas, champús, jarabes están basadas en las propiedades elásticas de este biopolímero. Por ello es importante considerar la estimación de la respuesta elástica de soluciones de mucílago en flujo cortante estacionario (Medina-Torres et al., 2000).

La figura 4.2 muestra la primera diferencia de esfuerzos normales (N_1) como función de la velocidad de deformación del tratamiento 3 (Tabla 3.3), las soluciones acuosas de mucílago deshidratado mostraron importantes propiedades elásticas de flujo cortante estacionario, tales como algunos materiales gelificantes (pectinas, gomas y carrageninas), mientras la velocidad de corte incrementó N_1 también aumento. Además se puede observar que N_1 disminuyó cuando la concentración del polímero se incrementó. El efecto Weissenberg del mucílago de pitahaya resuspendido se observó a una concentración de 7% (p/v) (Figura 4.2), a esta concentración se pudo ver una clara tendencia a formar redes macromoleculares con importantes propiedades elásticas, tal como lo reportan Medina-Torres et al. (2000) para goma de mucílago de *Ofi* a concentraciones mayores a 3%. León-Martínez et al. (2011) observaron el efecto Weissenberg para mucílago de *Ofi* secado por aspersion a una concentración del 7.2% (p/v). El hecho de que las propiedades elásticas se manifiesten al 7% puede deberse a que el polímero sufrió una degradación térmica.

El hecho de que el comportamiento elástico es mayor al viscoso, implica un comportamiento parecido al sólido (pseudo-solid like) a altas concentraciones de mucílago en solución, este es un comportamiento parecido al presentado en geles al formar una estructura más estable. La estabilización del polímero en disolución se da mediante interacciones no covalentes entre los polisacáridos, por la formación de agregados o debido a la concentración del polímero.

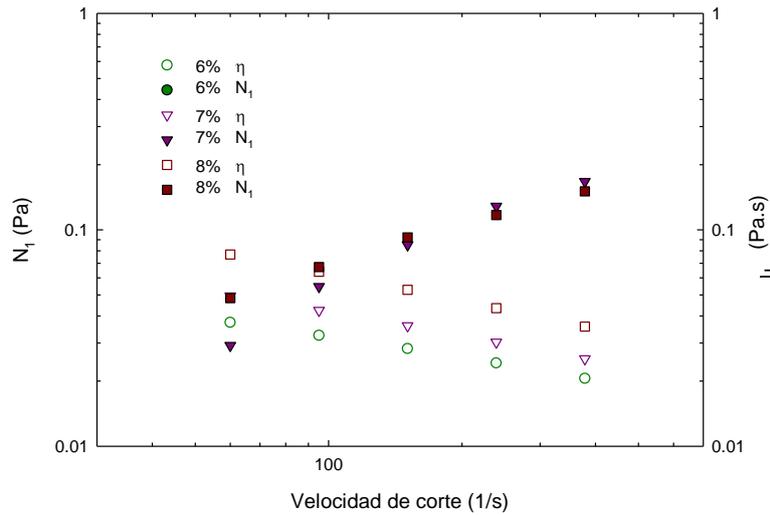


Figura 4.2 Propiedades elásticas y manifestación del efecto Weissenberg

La recuperación del comportamiento viscoelástico del mucílago, puede explicarse debido a que mayor concentración de mucílago en la disolución, existe un mayor número de moléculas, por tanto una mayor interacción intermolecular de las cadenas poliméricas del mucílago que genera entrecruzamientos e interacciones moleculares del tipo no-covalente como fuerzas de Van der Waals, electrostáticas, y puentes de hidrógeno, provocando mayor rigidez de las cadenas del biopolímero, por lo tanto mayor oposición al flujo.

4.3.4 Efecto del secado en la viscosidad de mucílago reconstituido

Efecto de la temperatura del aire a la entrada. El aumento de la temperatura provocó una disminución de la viscosidad del mucílago rehidratado, como se observa 8 en la figura 4.3a para los tratamientos T3 y T4 y, 4.3b para T7 y T8. En general, las muestras y secadas a 130 °C presentaron una mayor viscosidad que las secadas a 170°C. Para las

muestras T7 y T8 al 3% no se observó el efecto de la temperatura, de igual manera para las muestras T1 y T2. La diferencia entre la viscosidad se pudo ver más claramente al 6%. La muestra T4 tuvo la más baja viscosidad a concentraciones de 3 y 6%. Las muestras con los más altos rendimientos (T7, T1 y T3), secadas a 130 °C, exhibieron curvas de viscosidad muy similares sobre todo al 3% y mayores a sus homólogas secadas a 170 °C, lo que pudo confirmarse con los valores de los parámetros del modelo de Cross; sin embargo, la muestra T3 al 6% la viscosidad aumentó y los valores de η_0 , λ y m fueron ligeramente mayores, esto puede sugerir que las propiedades mecánicas al flujo se mantienen en gran porcentaje a 130 °C, logrando altos rendimientos.

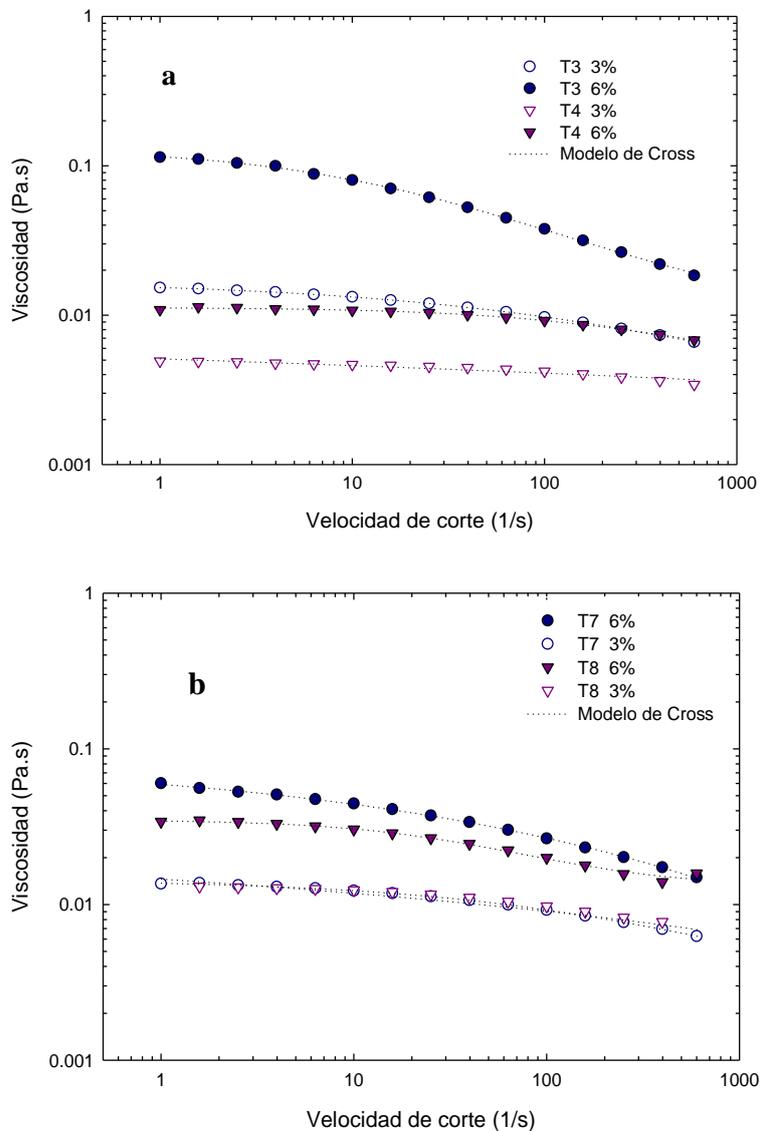


Figura 4.3 Efecto de la temperatura de entrada de aire de secado en la viscosidad de mucílago reconstituido al 3 y 6%. (a) T3 y T4. (b) T7 y T8

El efecto de la temperatura pudo atribuirse a la degradación térmica que sufren los componentes del material al ser expuesto a una alta temperatura. Abu-Jdayil et al. (2004) explica que el efecto térmico debido al secado provoca que las sustancias pécticas y otros carbohidratos de cadena larga se hidrolicen y degraden resultando en más pequeñas moléculas que afectan las propiedades coloidales de la solución ocasionando que la viscosidad disminuya. León-Martínez et al. (2011) sugieren que el descenso de viscosidad se debe a que con temperaturas altas el gradiente de temperatura se intensifica provocando una rápida evaporación del agua y permitiendo la interacción entre el sólido seco y el calor, lo que provoca una degradación de la estructura molecular. Gharsallaoui et al. (2007) menciona que los cambios en la morfología están relacionados con la temperatura de entrada. Salvador et al. (2001) indican que el calentamiento induce una modificación del estado de agregación.

Efecto de la velocidad de atomización. La respuesta viscosa del mucílago reconstituido fue afectada por la velocidad de atomización, ya que al aumentar V_a la viscosidad se redujo, esto se muestra en la figura 4.4 para los tratamientos T2 y T4, y T6 y T8. El efecto de la velocidad de atomización no fue visible en las muestras T1 y T3, así como T6 y T8 rehidratadas al 3%. El efecto de esta variable fue más notorio con la concentración de 6%. La disminución de la viscosidad con el incremento de la presión de atomización pudo estar relacionada con la superficie de contacto mayor entre la gota y el aire caliente, por lo que se consiguieron partículas finas que provocan un mayor número de interacciones entre ellas e incrementando la resistencia al flujo. Un efecto similar fue reportado por Abadio et al. (2004) para secar por aspersión de jugo de piña y por León-Martínez et al. (2011) para mucílago de nopal *Opuntia ficus indica*. Estos autores trabajaron con velocidades de atomización mayores, por lo que puede esperarse que el mucílago de este estudio presente una mayor viscosidad que el mucílago de nopal *Ofi*. Walton & Mumford (1999) reportan que una disminución del tamaño de partícula de polvos reduce la viscosidad y un tamaño de partícula menor se obtiene al incrementar la presión de atomización en el secado por aspersión de leche.

Efecto del flujo de alimentación. El flujo de alimentación tuvo un ligero efecto sobre la respuesta viscosa del mucílago reconstituido (Figura 4.5). El efecto de esta variable se observó más claramente al 6%. En la figura 4.5a se muestra un efecto positivo de F_a se encontró entre las muestras T3 y T7, así como entre las muestras T1 y T5; mientras que

para las muestras T4 y T8 (Figura 4.5b) se observó un efecto inverso. El flujo de alimentación del extracto acuoso de mucílago está relacionado con el tamaño de gota del fluido atomizado y el tiempo de residencia del polvo en la cámara de secado. Una disminución de F_a produjo gotas de menor tamaño, las cuales tuvieron mayor superficie de contacto con el aire caliente y coeficientes de transferencia de calor y masa mayores, lo que las expuso a una degradación mayor. León-Martínez et al. (2011) reportaron una situación similar al obtener polvos de mucílago de nopal *Ofi*.

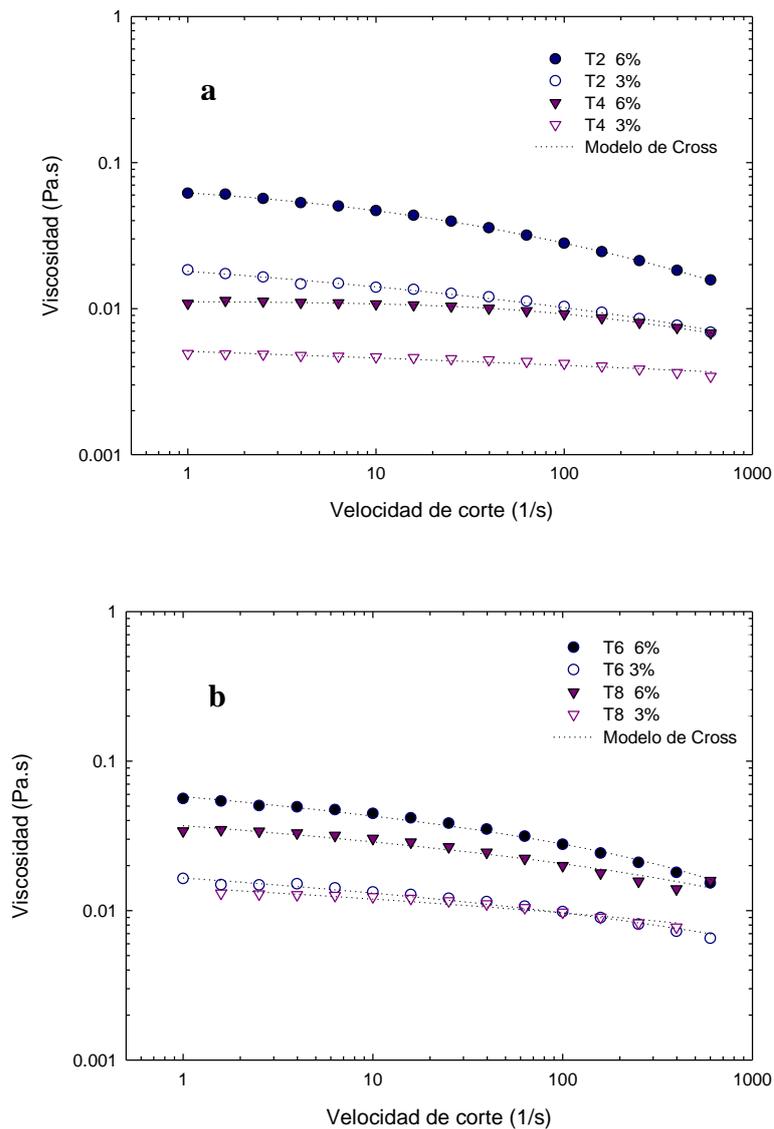


Figura 4.4 Efecto de la velocidad del atomizador en la viscosidad de mucílago reconstituido al 3 y 6%.
(a) T2 y T4. (b) T6 y T8

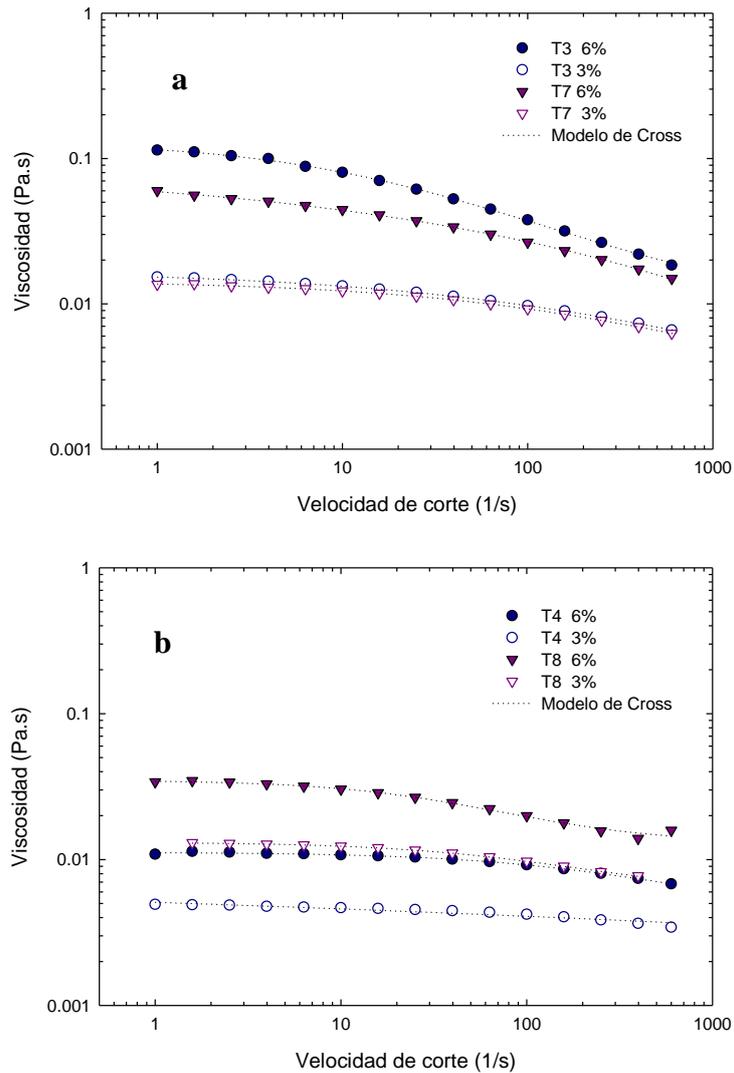


Figura 4.5 Efecto del flujo de alimentación en la viscosidad de mucílago reconstituido al 3 y 6%. (a) T3 y T7. (b) T4 y T8.

4.3.5 Medidas de flujo oscilatorio

Los alimentos o materiales que logran una funcionalidad por la formación de una red viscoelástica son estudiados regularmente con pruebas oscilatorias de baja amplitud. La zona viscoelástica lineal se identificó para una deformación mayor a 40%, este valor fue empleado en las pruebas dinámicas. La respuesta a la cizalla oscilatoria de mucílago del tratamiento 7 se muestra en la figura 4.6. Se observó que la componente viscosa, G'' , predominó sobre la elástica G' ; es decir, el material presenta una mayor contribución de la parte viscosa en las propiedades viscoelásticas, esto pudo observarse a concentraciones de 3 y 6% para todas las muestras. Este comportamiento fue encontrado por Medina-Torres et al. (2000) para goma de mucílago de nopal *Opuntia*

ficus indica, lo que sugiere una conformación estructural de espiral al azar. El comportamiento viscoelástico ha sido reportado por León-Martínez et al. (2010) para mucílago de *Ofi* secado por aspersión. El módulo viscoso está relacionado con la pérdida de energía en cada ciclo de deformación aplicada, mientras que el módulo elástico, referido al almacenamiento de energía en cada ciclo de deformación. El comportamiento “fluid-like” sugirió que el material no tiene tendencia a formar geles, confirmando lo reportado por Goycoolea y Cárdenas (2004) quienes encontraron que las pectinas de nopal no forman geles, sólo aumentan la viscosidad de las soluciones. Se observó una dependencia de los módulos viscoso y elástico de la frecuencia de 1 a 100 rad/s, lo que sugiere un espectro característico de un sistema de redes enredadas y el polisacárido se encuentra en un estado desordenado de configuración en espiral al azar (Cárdenas et al., 1997).

Efecto de la concentración de las soluciones en G' y G'' . El efecto de la concentración de las soluciones de mucílago al 3 y 6% se muestra en la figura 4.6 para el tratamiento 7. La muestra T4 presentó las menores magnitudes de G' y G'' a ambas concentraciones. El incremento de la concentración del hidocoloide, aumenta las magnitudes de las propiedades viscoelásticas G' y G'' . Este comportamiento ha sido reportado para en goma de mucílago de nopal *Ofi* (Medina-Torres et al., 2000), mucílago de *Ofi* secado por aspersión (León-Martínez et al., 2011), mucílago de mostaza adicionado a almidón de trigo y guisante (Liu et al., 2006). Este efecto puede ser debido a un aumento en el número de zonas de unión entre las cadenas de polímero a mayor concentración; en cambio, cuando la concentración es baja, hay un mayor número de uniones intramoleculares, que no contribuyen a los choques intermoleculares, lo cual es congruente con lo que menciona Simas et al. (2010). Las muestras T1, T3 y T7 mostraron mayores magnitudes de G' y G'' a sus análogas secadas a 170 °C, y fueron similares entre ellas al 3 y 6%, lo que sugiere que se pueden obtener altos rendimientos de polvos con buenas características al ser rehidratados.

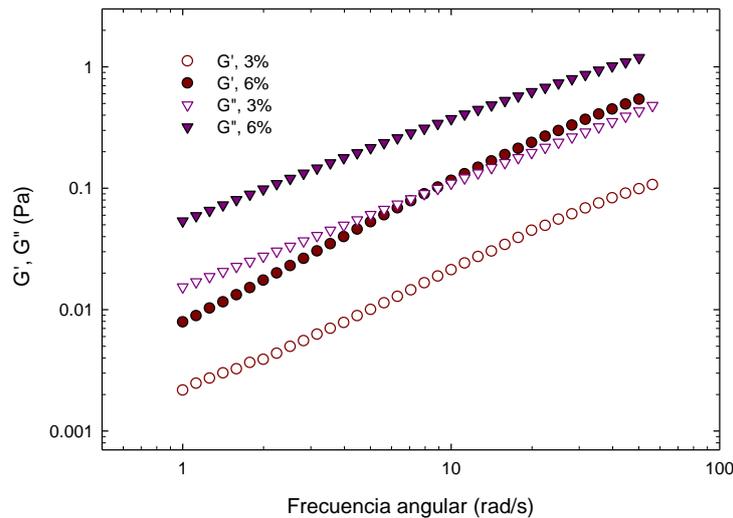


Figura 4.6 Efecto de la concentración en los módulos dinámicos (G' y G'')

Efecto de las condiciones de secado en las propiedades viscoelásticas de mucílago de pitahaya reconstituido. Las propiedades G' y G'' fueron afectadas por las altas temperatura. En la figura 4.7 se presentan la evolución de las componentes G' y G'' en función de la velocidad angular para los tratamientos T1 y T2 (4.7a), mientras que en la figura 4.7b se muestran los tratamientos T3 y T4. Las muestras que presentaron mayores valores de G' y G'' fueron secadas a una temperatura de 130°C y un flujo de alimentación de 2.2 L/h, la diferencia entre ambas puede deberse a la velocidad de atomización. Este efecto se observa sobre todo en el módulo de almacenamiento o elástico, el cual fue el más afectado, esto puede constatar la degradación térmica del mucílago durante el secado.

El efecto de la velocidad de atomización se muestra en la figura 4.8 para los tratamientos T1 y T3, así como T2 y T4 en la que se observa que V_a disminuyó y las magnitudes de G' y G'' aumentaron. En la figura 4.9 se presenta el efecto del flujo de alimentación en las propiedades dinámicas para los tratamientos T2 y T6, y T3 y T7. En las gráficas se puede observar que al aumentar la velocidad de alimentación G' y G'' incrementaron para T3, mientras T2 y T6 fueron muy similares. El efecto de las condiciones de secado sobre las propiedades viscolásticas fueron similares a los observados en la respuesta viscosa.

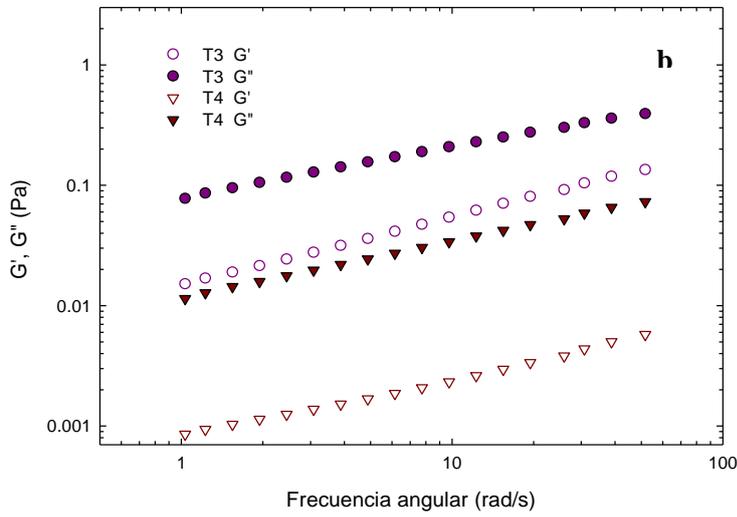
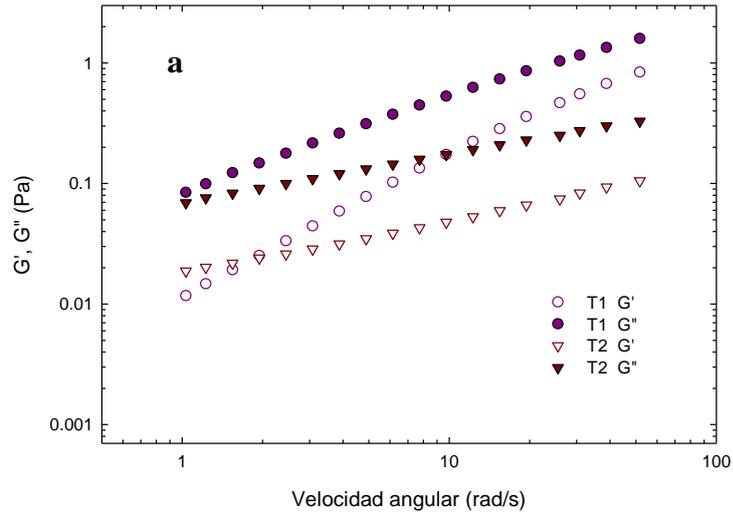
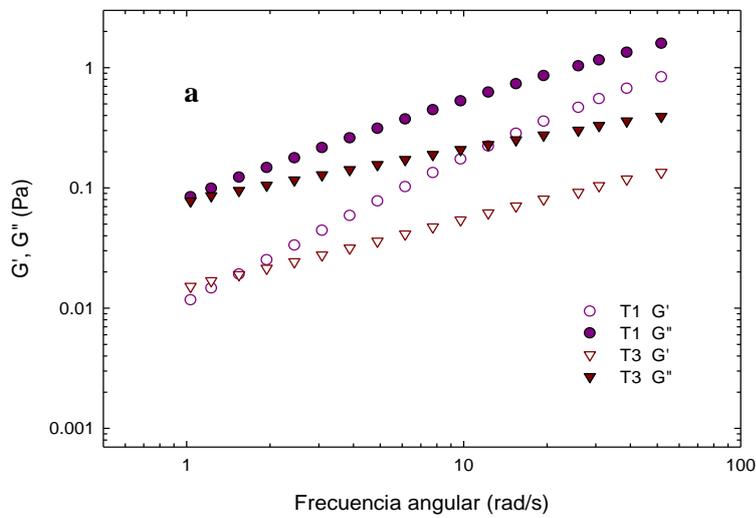


Figura 4.7 Efecto de la temperatura de entrada de aire en G' y G'' . (a) T1 y T2. (b) T3 y T4



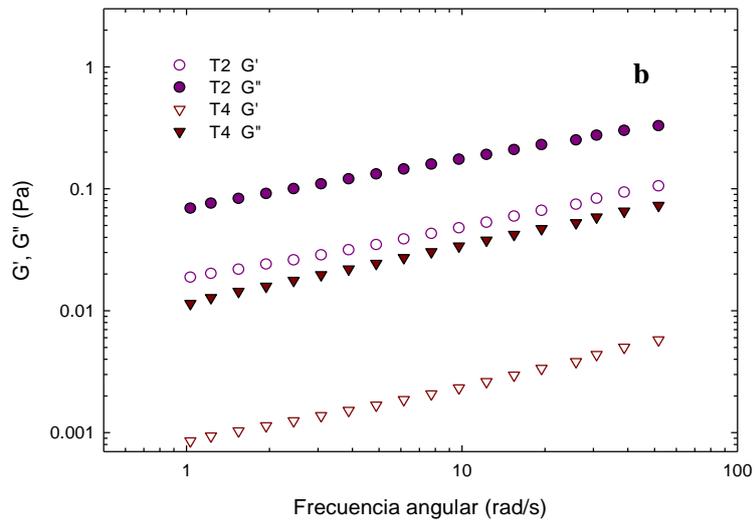


Figura 4.8 Efecto de la velocidad de atomización G' y G'' . (a) T1 y T3. (b) T2 y T4

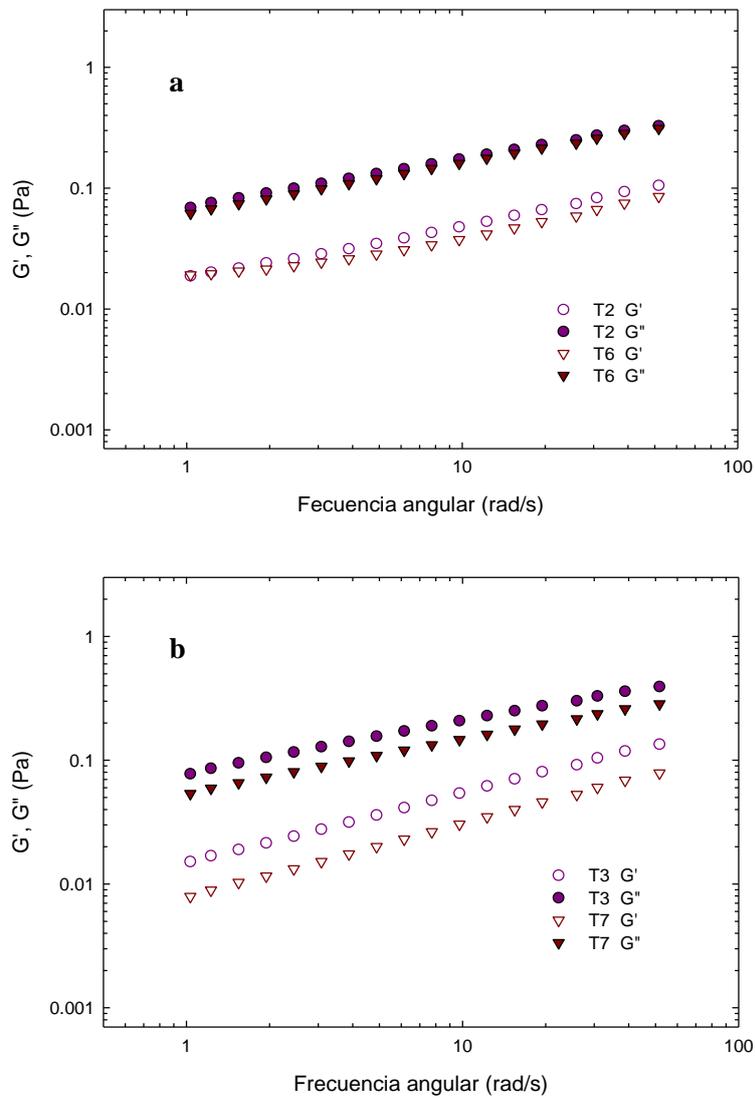


Figura 4.9 Efecto del flujo de alimentación en los módulos G' y G'' . (a) T2 y T6. (b) T3 y T7

4.4 Optimización por el método de superficie respuesta

Un análisis por regresión múltiple fue realizado para los datos experimentales y los coeficientes estimados son presentados en la tabla 4.4. Los valores de R^2 obtenidos fueron mayores a 0.95 para la variable viscosidad límite a baja velocidad de corte lo que sugiere un buen ajuste de datos experimentales, sin embargo para el resto de las variables respuesta fue menor (Tabla 4.5). La baja significancia de los términos cuadráticos sugirieron su ausencia en la zona estudiada. Para visualizar el efecto de las variables independientes sobre las dependientes, la superficie de respuesta de los modelos se generaron mediante la variación de las variables independientes en el intervalo experimental, estas gráficas se representan en las figuras 4.10 a 4.14.

Tabla 4.4 Coeficientes estimados del modelo de regresión para el secado por aspersión de mucílago

Fuente de Variación	GL	Coeficientes del modelo de regresión			
		Rendimiento	Viscosidad		
			η_0 (Pa.s)	k (s)	m
Constante		188.598	0.626	0.383	7.819
Te	1	0.777	-0.006	-0.005	-0.073
Va	1	-0.006	-1.863E-06	1.034E-05	-2.745E-04
Fa	1	-81.838	-0.122	-0.054	0.464
Te*Te	1	-0.006	2.009E-05	2.132E-05	7.566E-05
Va*Va	1	0	0	0	0
Fa*Fa	1	0	0	0	0
Te*Va	1	6.604E-06	-5.142E-08	-8.113E-08	2.227E-06
Te*Fa	1	0.262	0.0003	0.0003	0.002
Va*Fa	1	0.003	3.629E-06	3.090E-07	-2.460E-05

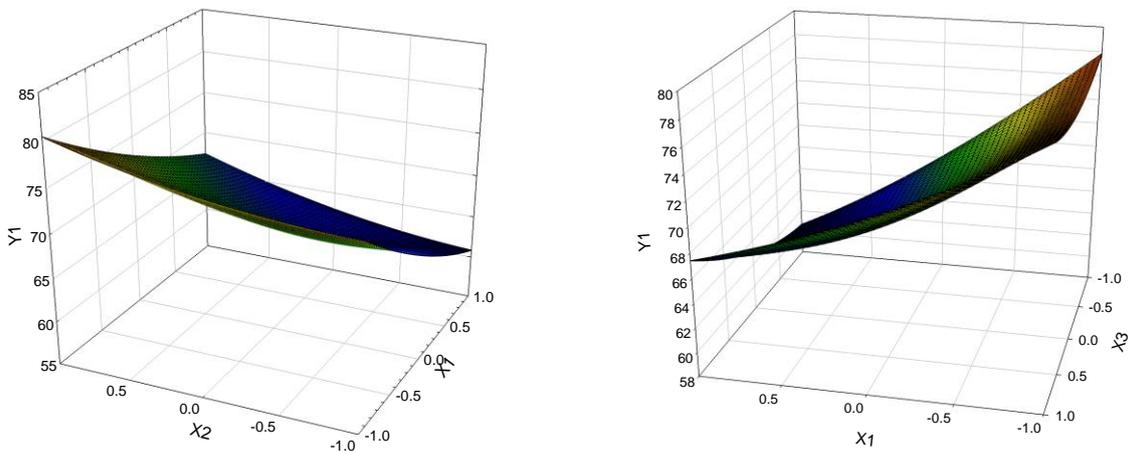
Tabla 4.4 Análisis de varianza del modelo de regresión para el secado de mucílago

Fuente de Variación	GL	Suma de cuadrados			
		Rendimiento	Viscosidad		
			η_0 (Pa.s)	k (s)	m
Regression	7	1110.48	0.00067	0.00097	0.47937
Linear	3	963.16	0.00009	0.00030	0.18011
Quadratic	1	20.73	0.00021	0.00023	0.00293
Interacción	3	126.60	0.00038	0.00044	0.29634
Residual Error	12	546.54	0.00003	0.00062	0.47753
Lack of Fit	1	102.92	0.00001	0.00001	0.00577
Pure Error	11	443.62	0.00002	0.00062	0.47176
Total	19	1657.03	0.00070	0.00159	0.95690
R^2		0.87	0.964	0.810	0.710

4.4.1 Rendimiento

La figura 4.11 muestra que se obtuvieron mayores rendimientos (Y1) al trabajar con bajas T_e (X1), altas V_a (X2) y F_a (X3). Las bajas temperaturas de entrada de aire de secado causan una degradación térmica mínima del mucílago; el incremento de la velocidad de atomización indica que la superficie de contacto entre la gota y el aire de secado es mayor, mientras que flujos de alimentación altos sugieren que el fluido alimentado tiene un tiempo de residencia corto, por lo que el proceso es muy rápido.

El efecto principal fue lineal o de primer orden, mientras que el efecto cuadrático no es significativo, lo cual indica que las interacciones entre las variables individuales no tiene una influencia importante sobre el rendimiento. Los valores de los coeficientes del modelo con signo negativo entre las variables de proceso y el rendimiento, sugieren que un mayor rendimiento se obtienen cuando V_a disminuye. Mientras que las correlaciones positivas señalan que las relaciones entre las variables son directas. El comportamiento de las gráficas de superficie mostró incrementos del rendimiento, sin embargo en la zona experimental no pudieron observarse los puntos máximos.



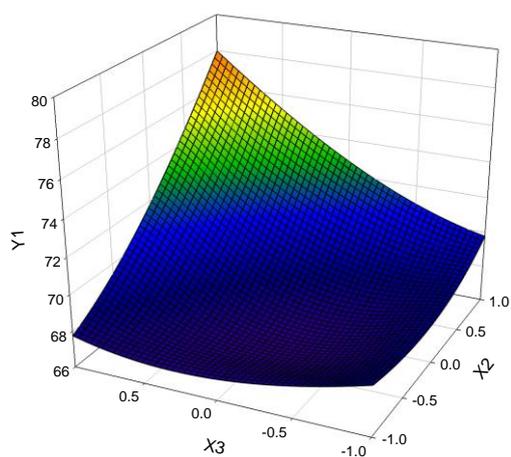
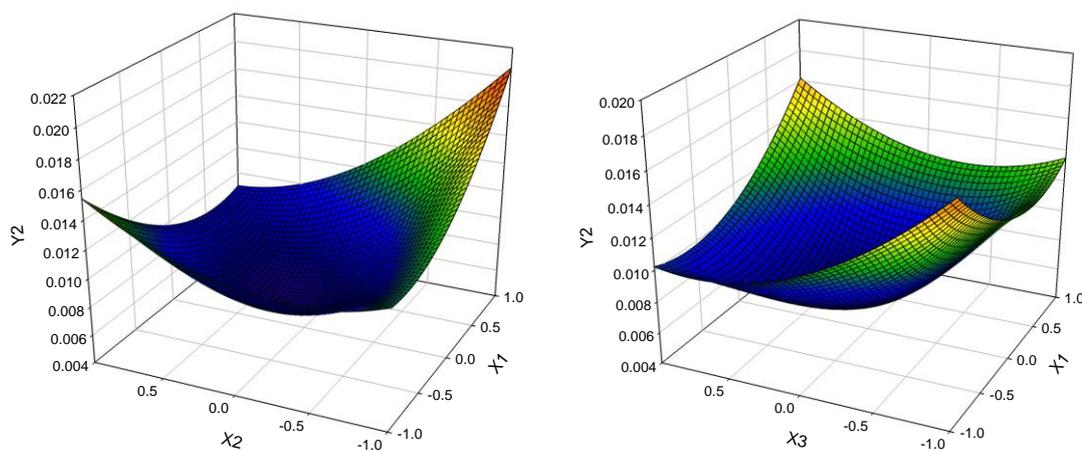


Figura 4.10 Superficie respuesta del efecto de las variables de secado en el rendimiento de polvos

4.4.2 Viscosidad

La respuesta viscosa se analizó con los valores de los parámetros del modelo de Cross: η_0 (viscosidad límite a baja velocidad de deformación, Pa.s), k (tiempo característico, s) y m (índice de flujo). En las gráficas de la figura 4.11 se observa que el mucílago presentó una η_0 mayor cuando la T_e se incrementó, por su parte las variables V_a y F_{ano} mostraron un efecto importante sobre η_0 . Oomah & Mazza (2001) mencionan que existe una correlación negativa entre el rendimiento y las propiedades reológicas, lo que indica que la optimización para un alto rendimiento lleva a la obtención de gomas de baja viscosidad; en este estudio la tendencia no es similar, ya que altos rendimientos tienen propiedades reológicas aceptables.



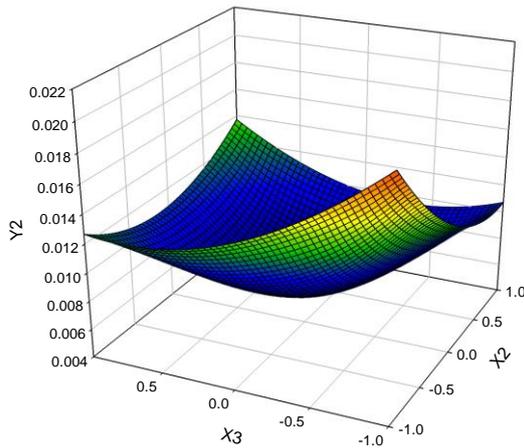
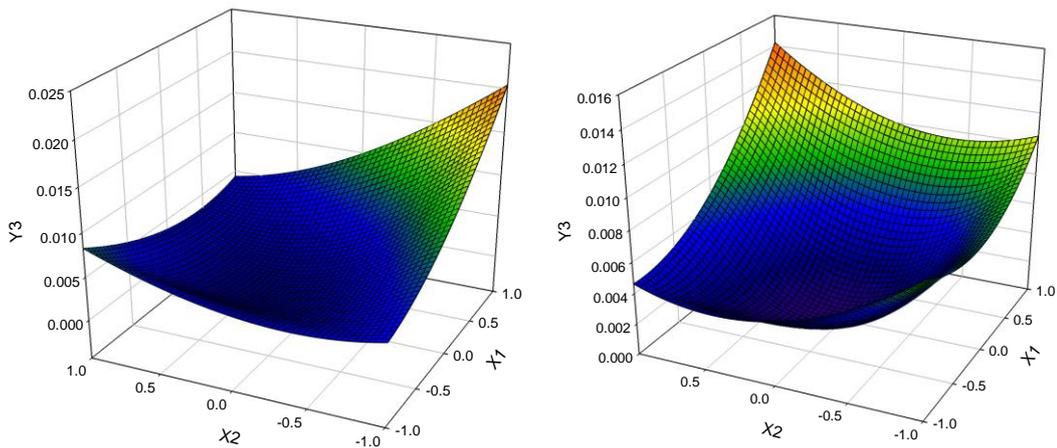


Figura 4.11 Superficie respuesta del el efecto de T_e , V_a y F_a en la viscosidad límite a baja velocidad de corte (η_0).

Con respecto al tiempo característico, el cual se define como una característica del material que responde en una escala de tiempo a un estímulo, que es necesario para que se deforme. El tiempo característico se incrementa cuando T_e , V_a y F_a aumentan como se muestra en las gráficas de superficie de la figura 4.12. La gráficas de superficie respuesta del índice de flujo (figura 4.12) muestran que con altas T_e y bajas V_a y F_a se obtienen mayores valores, esto revela el carácter adelgazante o pseudoplástico de las muestras de mucílago reconstituido; ya que si m tiende a la unidad el modelo de Cross describe fluidos adelgazantes a la cizalla.



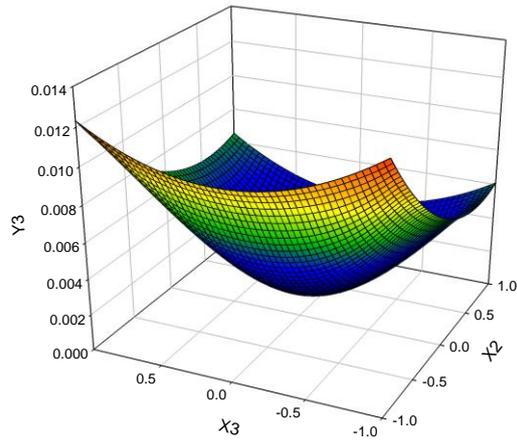


Figura 4.12 Superficie respuesta para el efecto de T_e , V_a y F_a en el tiempo característico (λ).

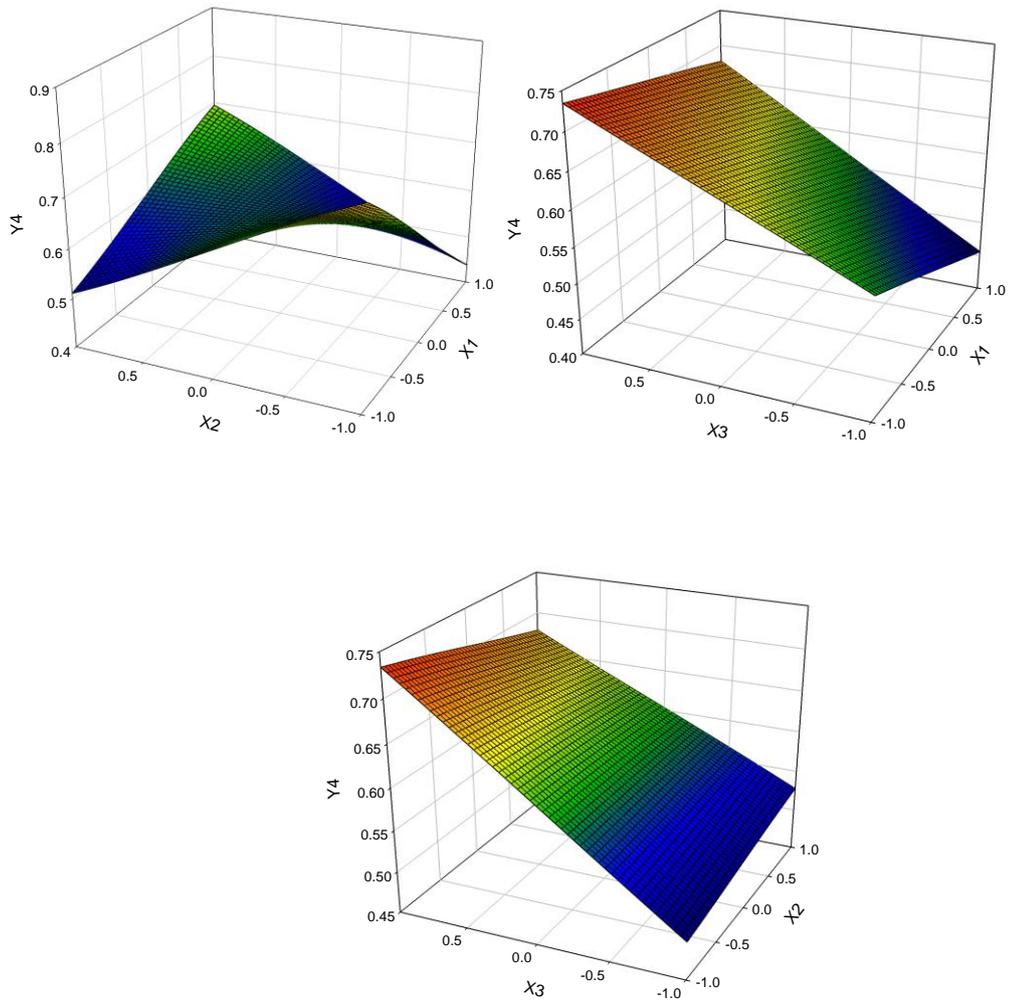


Figura 4.13 Superficie respuesta para el efecto de T_e , V_a y F_a en el índice de flujo (m).

4.5 Distribución de tamaño de partícula (DTP)

La reología está influenciada por parámetros como el tamaño y distribución de partícula. La figura 4.14 muestra la DTP de los tratamientos T1, T3, T4, T7 y C1. Las muestras de mucílago reconstituidas al 6% presentaron, en general, una distribución cuasi-modal, y el tamaño de partícula fue menor a 20 μm (Tabla 4.7), esto significa que se produjeron partículas muy finas con el proceso de secado por aspersión, lo cual indica que las muestras presentan un bajo grado de polidispersidad. La muestra del punto central C1 presenta el menor tamaño de partícula (Tabla 4.7) y una DTP cuasimodal, su viscosidad fue menor que las muestras secadas a 130 °C, esto puede indicar el efecto de las condiciones de secado.

En una muestra polidispersa las partículas más pequeñas pueden rellenar los espacios entre las partículas más grandes, lo que resulta en una reducción de la viscosidad (Hill & Carrington, 2006). La menor polidispersidad y tamaños de partícula inferiores de los polvos de mucílago de pitahaya en comparación con los polvos de mucílago de nopal estudiado por León-Martínez et al. (2010), esto puede indicar que el mucílago de pitahaya tiene una viscosidad y estabilidad mayores. Hill & Carrington (2006), sugieren que la viscosidad se incrementa debido a que se encuentran presentes partículas muy pequeñas, que resulta en un gran número de interacciones partícula-partícula y un incremento en la resistencia al flujo, lo cual es más visible a altas velocidades de corte. Servais et al. (2002) menciona que una DTP multimodal reduce considerablemente la viscosidad de suspensiones.

El incremento de la temperatura de entrada provocó un aumento del tamaño de partícula, lo que está de acuerdo con lo encontrado por Chegini & Ghobadian (2007) para polvo de jugo de naranja. Las muestras con mayor tamaño de partícula tuvieron menor área de superficie específica (ASE), mientras que el diámetro medio “De Brouckere” o media de volumen equivalente denotado como $D(4,3)$, es decir, la medida del peso equivalente si la densidad es constante, fue menor a 100 μm .

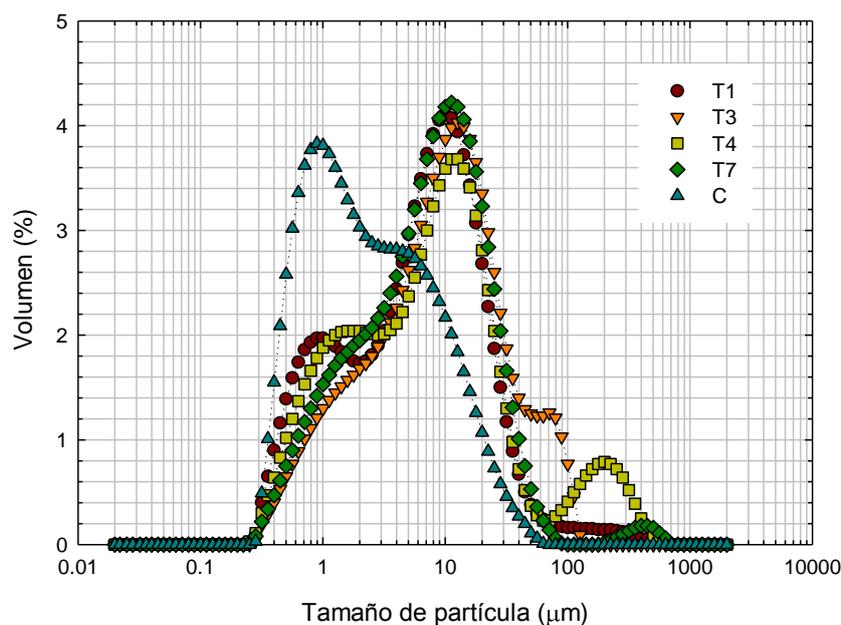


Figura 4.14. Distribución de tamaño de partícula de mucílago reconstituido al 6%.

Tabla 4.7 Parámetros del análisis de tamaño de partícula de mucílago reconstituido

Muestra	Área de superficie específica (m ² /g)	D (0,5) (µm)	D (4,3) (µm)
T1	2.46	6.841	13.974
T2	1.64	9.582	26.726
T3	1.66	9.782	17.344
T4	2.17	7.952	28.665
T5	2.73	5.590	8.112
T6	1.49	11.025	31.115
T7	1.91	7.920	16.292
T8	2.43	5.234	7.688
C1	4.51	1.717	4.856
C2	4.00	2.294	5.180

4.6 Temperatura de transición vítrea (T_g)

En la figura 4.15 se muestra el termograma obtenido para la muestra de mucílago en polvo producido bajo las condiciones de T1 con una humedad de 7.95% en base seca. El termograma muestra una transición de segundo orden que produce una etapa de cambio en el flujo de calor debido a los cambios en la capacidad calorífica a la temperatura de transición vítrea, T_g, la cual fue tomada como el punto medio, 48.5 °C. A temperaturas bajas (25 a 30°C), el polímero se encuentra en su estado vítreo, en el que los movimientos moleculares están rígidos. Al llegar a la zona de transición vítrea comienzan van a tener lugar movimientos de segmentos de las cadenas del polímero, lo que aumenta el volumen, haciéndose el material más blando. La capacidad calorífica de

este estado es diferente del correspondiente al estado vítreo, teniendo lugar una variación en C_p a la T_g .

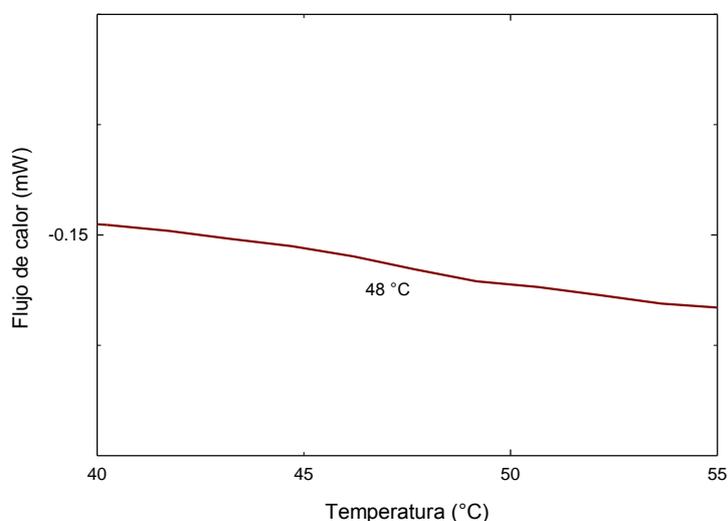


Figura 4.15 Termograma de mucilago de pitahaya (T1)

Los alimentos y materiales biológicos en estado sólido pueden estar en estado vítreo-amorfo (estructura plástica-elástica parecida a la goma), el cual es muy sensible a cambios de temperatura y contenido de humedad. La temperatura de transición vítrea refleja los cambios en la estructura del material ocasionados por efectos térmicos del proceso de secado. El factor más importante que determina el valor de la temperatura de transición vítrea, es la flexibilidad de la cadena polimérica considerada aisladamente y de las interacciones entre dicha cadena, la flexibilidad de la cadena viene determinada por la estructura química. La T_g disminuye si la cadena polimérica se mueve más fácil. Las cadenas formadas por enlaces C-C y C-O, son notablemente flexibles, este tipo de enlaces están presentes en los constituyentes del mucílago, a lo cual puede atribuirse el valor de la T_g obtenida, además que el bajo peso molecular de los azúcares (glucosa, galactosa) también tiene influencia en la T_g . La transición vítrea no ocurre a una temperatura específica, sino en un rango que depende del material y sus historias térmicas y mecánicas, por ello se toma un punto medio como el valor de la temperatura de transición vítrea.

El valor de T_g determinado fue similar al reportado para otros materiales, como soluciones de maltodextrinas (10 a 25 DE), donde la T_g va de 45.4 a 54.7°C dependiendo del contenido de humedad, poli(hexametileno adipamida) con una T_g de 46.6 a 56.8 °C, poli(butileno tereftalato) con una T_g de 29.8 a 59.8 °C. La T_g está

estrechamente influenciada por el PM y el contenido de humedad del polímero. El peso molecular del polímero de mucílago podría explicar el alto valor de Tg obtenido, para mucílago sin tratamiento térmico el PM varía de 2×10^4 a 3×10^6 g/mol. La Tg está relacionada con la geometría y rigidez de las cadenas del polímero, se incrementa con la densidad de enlaces transversales. El valor de Tg obtenido para mucílago de nopal en polvo secado por aspersión fue menor al calculado con los parámetros reportados para la ecuación de Gordon & Taylor para mucílago de *Ofi* (Abrajám-Villaseñor, 2008), el cual fue de 70 °C a un contenido de humedad del 5 % bs.

4.6 Morfología de los polvos de mucílago

El análisis por microscopía electrónica barrido de los polvos de mucílago permitió mostrar la morfología de las partículas (Figura 4.16), las cuales se observaron de forma esférica, con una apariencia como de cubierta sobre las partículas, este tipo de morfología es predominante en los materiales orgánicos secados por aspersión. Materiales como la glucosa o basados en glucosa como las bebidas instantáneas, el café que contiene carbohidratos, los productos lácteos como el yogur y el huevo secados por aspersión tienen esta característica morfológica (Walton & Mumford, 1999).

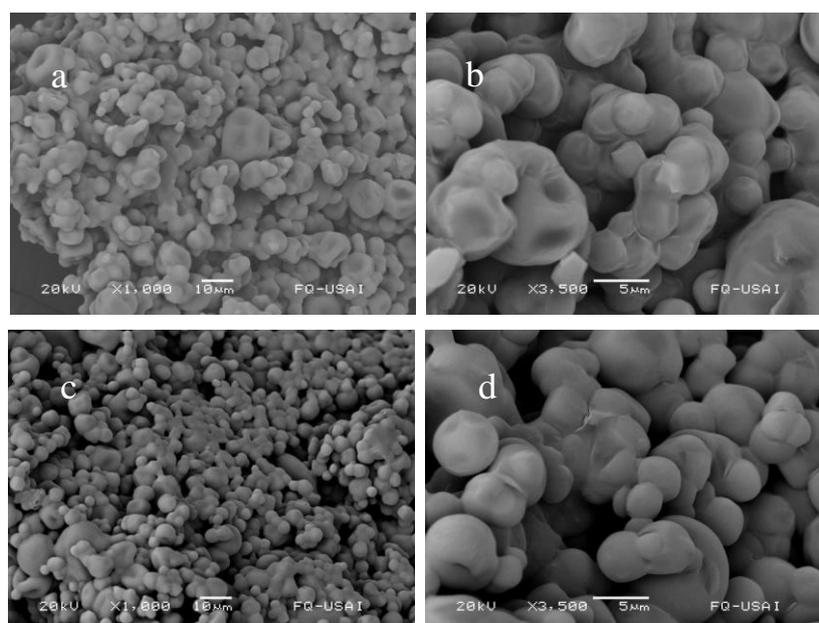


Figura 4.16 Morfología de partícula de polvos de mucílago de pitahaya.

Muestras (a) y (b) T1; (c) y (d) T3

Las partículas de mucílago forman aglomerados y parecen estar ligadas entre sí, con una apreciable estructura interna hueca. Obón et al. (2009), al estudiar los polvos obtenidos de jugo de frutos de *Opuntia stricta* encontró cavidades en la corteza de algunas partículas individuales que sugieren que las esferas huecas se formaron en el proceso de secado por aspersión. La morfología de las microcápsulas fue de forma esférica similar a lo que obtuvo Saénz et al. (2006) cuando encapsuló jugo de fruta de *Ofi*; esta forma esférica y suave muestra la eficacia del mucílago para la encapsulación de compuestos fenólicos, a diferencia de otros vectores usados como agentes encapsulantes lo que indica también la estabilidad de la microcápsula (Krishnan et al., 2005).

4.7 Análisis estructural

El espectro de absorción infrarroja (FT-IR) de los polvos de mucílago de pitahaya secados por aspersión (Figura 4.17) relaciona la absorbancia (A) con la frecuencia. El espectro IR mostró un intenso y amplio pico que se extiende de 3367 a 3430 cm^{-1} sugiriendo la presencia del grupo hidroxilo (OH); Rana et al. (2009) indican que la banda característica del grupo hidroxilo es entre 3225 y 3590 cm^{-1} , mientras que Zhao et al. (2007) lo reportan entre 3428 y 3435 cm^{-1} y Yang et al. (2006) a 3407 cm^{-1} . La variación entre los picos de absorción encontrados de las muestras de mucílago de pitahaya puede atribuirse a la diferencia en el contenido de humedad de cada una. Una banda de tensión débil entre 2925 y 2990 cm^{-1} sugirió la presencia de enlaces C-H, se ha reportado esta banda de absorción entre 2931 a 2855 cm^{-1} (Zhao et al., 2007; Yang et al., 2006).

La región de 2000 a 1000 cm^{-1} puede ser usada para identificar restos de ácido galacturónico (Somboonpanyakul et al., 2006). Los picos encontrados alrededor de 1412 y 1617 cm^{-1} indicaron la absorción del grupo carboxílico protonado (COO^-), lo cual es similar a lo reportado por Zhao et al. (2007) para el análisis de polisacáridos solubles en agua de cladodios de *Opuntia nonocantha*. Somboonpanyakul et al. (2006) encontró bandas de absorción del grupo carbonilo libre (COO^-) y esterificado (COO-R) a 1600 y 1740 cm^{-1} y picos del ion carboxilato a 1600 y 1414 cm^{-1} . Los ácidos urónicos fueron caracterizados por el grupo carboxílico puede dar lugar a tres picos de absorbancia 1742 y 1729 cm^{-1} , 1633 y 1596 cm^{-1} , y 1407 y 1417 cm^{-1} (Zhao et al., 2007); en los polvos de mucílago de este estudio se encontraron picos alrededor de 1597

y 1617 cm^{-1} , y 1412 y 1420 cm^{-1} , lo cual puede indicar que se trata de restos de ácidos urónicos característicos de los mucílagos (Forni et al., 1994; McGarvie & Parolis, 1981; Nobel et al., 1992; Saag et al., 1975; Trachteberg & Mayer, 1981).

Las bandas entre 1300 y 1000 cm^{-1} son atribuidas a las vibraciones de tensión del anillo piranosa, anillo de seis átomos, el cual resulta de la reacción del carbonilo con grupos alcohol de la misma molécula de un azúcar (Cai et al., 2008). En el espectro IR de polvos de mucílago de pitahaya se encontraron bandas de absorción alrededor de 1251 y 1280 cm^{-1} , sugirieron la presencia del anillo en conformación piranosa. Los picos ubicados entre 1044 y 1122 cm^{-1} se atribuyeron a carbohidratos. La absorción de polisacáridos ocurre en el rango de 950 a 1200 cm^{-1} donde se encuentran las bandas de los enlaces C-O-C y C-O-H (Zhao et al., 2007). Los picos alrededor de 1116 a 1043 cm^{-1} sugieren la presencia de enlaces C-O y el pico a 1043 cm^{-1} es característico de la ramnosa (Yang et al., 2006; Zhao et al., 2007), por lo que pudo sugerirse que los picos hacia 1046 cm^{-1} en el espectro IR (Figura 4.17) se debieron a la presencia de la ramnosa. Somboonpanyakul et al. (2006) encontró picos de carbohidratos a 1140 , 1100 , 1060 y 990 cm^{-1} .

La absorción característica de unidades de azúcares en configuración β se encontró entre 823 y 892 cm^{-1} , Cai et al. (2008) la reporta a 897 cm^{-1} . La absorción a 890 cm^{-1} es característica de la β -D-glucosa (Zhao et al., 2007), por lo que puede sugerirse la presencia de este azúcar en el polvo de mucílago de pitahaya. Los picos alrededor de 600 cm^{-1} se deben a las vibraciones fuera del plano del enlace O-H (Zhao et al., 2007; Yang et al., 2006), en las muestras analizadas en este estudio se encontraron bandas entre 614 y 620 cm^{-1} que pueden atribuirse a las vibraciones del enlace O-H.

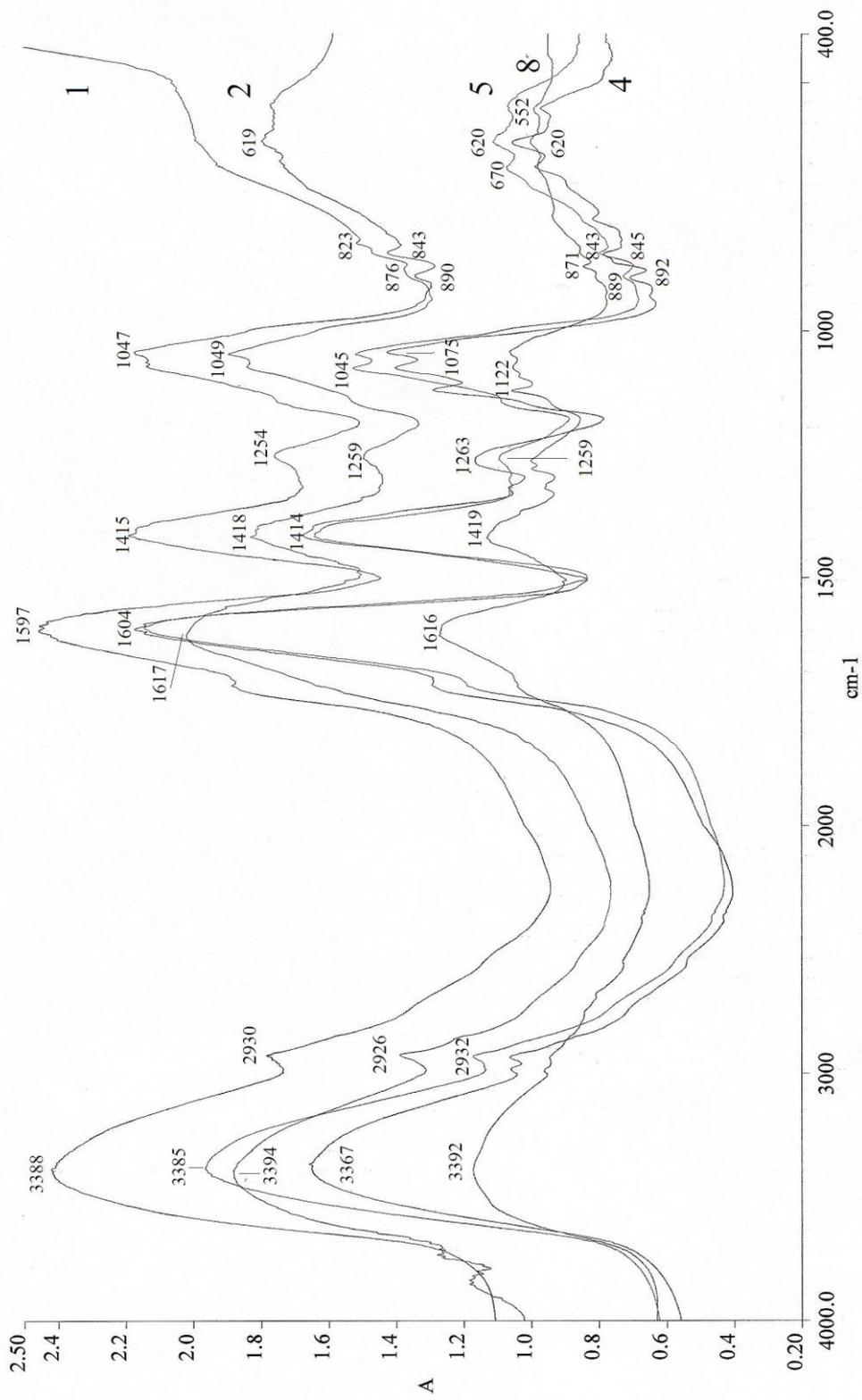


Figura 4.17 Espectro de absorción infrarroja de mucílago de pitahaya secado por aspersión

V. CONCLUSIONES

- La temperatura del aire de entrada es la variable de secado que más influyó en el rendimiento, el contenido de humedad y las propiedades reológicas de mucílago de pitahaya. Los más altos rendimientos de polvos son producidos a temperaturas de 130°C con un contenido de humedad inferior al 10% y una menor pérdida de sus propiedades reológicas al ser reconstituidos.
- El mucilago de pitahaya reconstituido presentó propiedades mecánicas al flujo, de distribución de tamaño de partícula y de morfología de partícula más estables que las de *Opuntia ficus indica*, esto puede deberse a la diferencia en cuanto a su composición química entre ambas especies.
- El método de extracción influye en el rendimiento y la calidad de los polvos, la viscosidad y el contenido de sólidos del extracto son los factores que más afectan el proceso, por ello fue necesario emplear un solo método para obtener mucílago de pitahaya deshidratado.
- El secado por aspersión de mucílago de pitahaya puede optimizarse mediante la metodología de superficie respuesta, obteniendo rendimientos mayores al 80%, con una menor pérdida de las propiedades reológicas del mucílago reconstituido.
- El mucílago de pitahaya secado por aspersión, y reconstituido al 3 y 6% (p/v), presenta un comportamiento no newtoniano del tipo de adelgazamiento a la cizalla, y los datos experimentales se ajustan adecuadamente al modelo de Cross, presentando un tiempo característico típico al flujo, que se incrementa con la concentración.
- La magnitud de la componente viscosa es mayor a la de la componente elástica ($G'' > G'$), s. El incremento de la concentración del mucílago reconstituido aumenta su respuesta viscoelástica ($G'' > G'$).
- Las propiedades elásticas en flujo cortante estacionario determinadas a través de la primera diferencia de esfuerzos normales (N1) se manifiestan con el efecto elástico Weissenberg con una concentración del mucílago resuspendido del 7% (p/v).
- Los polvos de mucílago de pitahaya *Hylocereus undatus* presentan un comportamiento vítreo a temperatura ambiente, manifestado en su Tg.
- El análisis mediante espectroscopia FT-IR reveló la presencia de azúcares en los polvos de mucílago de pitahaya en configuración β , entre ellos β -D-glucosa y ramnosa, así como ácidos úronicos.

Recomendaciones

- Estudiar el efecto del secado por aspersión en el mucílago de pitahaya mediante el análisis por cromatografía HPLC o GC y espectrofometría de masas para confirmar lo encontrado en reología.
- Optimizar el secado por aspersión de mucílago de pitahaya en base al su temperatura de transición vítrea.
- Optimizar la extracción acuosa de mucílago de pitahaya en función de las propiedades.
- Emplear el modelo de Maxwell y de los cuatro elementos para modelar el comportamiento viscoelástico en la zona lineal del mucílago de pitahaya.

BIBLIOGRAFÍA

Abadio, F. D. B., Domingues, A. M., Borges, S. V. & Oliveira, V. M. (2004). Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice-effect of malt dextrin concentration and atomization speed. *Journal of Food Engineering* 64, 285-287.

Abu-Jdayil, B., Banat, F., Jumah, R., Al-Asheh, S. & Hammad, S. (2004) A comparative study of rheological characteristics of tomato paste and tomato powder solutions. *International Journal of Food Properties* 7 (3), 438-497.

Abrajám-Villaseñor, M. A. (2008). Efecto del método de extracción en las características químicas y físicas del mucílago de nopal (*Opuntia ficus indica*) y estudio de su aplicación como recubrimiento comestible. Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia, Departamento de Tecnología de Alimentos.

Alamilla, L. (2001). Aspectos sobre el uso de secadores por aspersión. Documento predoctoral. ENCB-IPN. México. 81 p.

Alonso C. N. (2006). Obtención y caracterización del mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus* variedad roja). Tesis de licenciatura. CIIDIR-Oaxaca.

Association of Official Analytical Chemist (AOAC). (1984). Edited by Sidney Williams, 14 editions, USA.

Barnes, Howard A. (2000). A Handbook of Elementary Rheology. Institute of non-Newtonian fluid mechanics. University of Wales. ISBN 0-9538032-0-1. Pp. 55-60, 141-149.

Barnes, H. A., Hutton, J. F. & Walters, K. (1993). An Introduction to Rheology (Fluid Dynamics). Elsevier.

Cai, Weirong, Gu, Xiaohong & Tang, Jian. (2008). Extraction, purification, and characterization of the polysaccharides from *Opuntia milpa alta*. *Carbohydrate Polymers* 71, 403–410.

Cano, B.J. & Torres, A.A., (2007). Las bondades del nopal. *Revista de Construcción y Tecnología*, 44-50.

Cárdenas, A., Higuera-Ciapara, I. & Goycoolea, F. M. (1997). Rheology and Aggregation of Cactus (*Opuntia ficus-indica*) Mucilage in Solution. *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 2, 152–159.

Castillo, M., R., Cáliz de D., H. & Rodríguez, C. A. (1996). Guía técnica para el cultivo de pitahaya, Conacyt, Qroo. Instituto Nacional de Investigaciones Forestales Agrícolas y Pecuarias. Universidad Autónoma Chapingo. 158 pp.

Castillo, M. R. (2006). Aprovechamiento de la pitahaya: bondades y problemáticas. Caos Conciencia. México.

- Chegini, G. R. & Ghobadian, B. (2007). Spray Dryer Parameters for Fruit Juice Drying. *World Journal of Agricultural Sciences* 3 (2), 230-236.
- Cui, S. W. (2001). *Polysaccharide gums from agricultural products: Processing, structures and functionality*. Lancaster, Penn., USA: Technomic Pub. Co. Pp. 59–66.
- Cui, W., Eskin, N. A. M. & Biliaderis, C. G. (1993). Chemical and physical properties of yellow mustard (*Sinapis alba L.*) mucilage. *Food Chemistry* 46, 169-176.
- Del-Valle, V., Hernández-Muñoz, G. & A., Galotto, M.J. (2004). Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. *Food Chemistry* 91, 751-756.
- Filková, I., Huang, L. X., Mujumdar, A. S. (2006). Industrial spray drying. In: *Handbook of Industrial Drying*. Mujumdar, A. S. (Ed). CRC Press. Taylor and Francis Group, 215-255.
- Forni, E., Penci, M., & Polessello, A. (1994). A preliminary characterization of some pectins from quince (*Cydonia oblonga Mill.*) and prickly pear (*Opuntia ficus indica*) peel. *Carbohydrate Polymers* 23, 231–234.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A. & Saurel, R. (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International* 40, 1107–1121.
- Goldstein, G., Ortega, JKE, Nerd, A. & Nobel, PS. (1991b). Patterns of water potential components for the Crassulacean acid metabolism plant *Opuntia ficus-indica* when well-watered or droughted. *Plant Physiology* 95, 274–280.
- Goula, A. & Adamopoulos, K. G. (2005). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. *Journal of Food Engineering* 66, 25–34.
- Goula, A. M. & Adamopoulos, K. G. (2010). A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 11, 342–351.
- Goycoolea, F. & Cárdenas, A. (2004). Pectins from *Opuntia* spp.: short review. *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 5, 17-29.
- Grabowski, J. A., Truong, V. D. & Daubert, C. R. (2008). Nutritional and rheological characterization of spray drying sweetpotato powder. *Food science and technology* 41, 206-216.
- Grajales, R. (1996). Reconstrucción de un secador por aspersion y desarrollo de un modelo matemático para la prediccion de las condiciones de secado. Tesis IBQ. ENCB-IPN. Mexico.
- Guan-Chuah, T., Lin, L. H., Ling, C. N., Choong T. S.Y. & Fakhru'l-Razi A. (2008). Effects of Temperatures on Rheological Behavior of Dragon Fruit (*Hylocereus sp.*) Juice. *International Journal of Food Engineering*. Malaysia.

- Hill, A. & Carrington, S. (2006). Understanding the Links Between Rheology and Particle Parameters. American Laboratory News. Malvern Instruments Ltd.
- Huang, X., Kakuda, Y., & Cui, W. (2001). Hydrocolloids in emulsions: Particle size distribution and interfacial activity. *Food Hydrocolloids*, 15, 533–542.
- Kakaria, Mat. B., & Rahman, Z. Ab. (1995). Rheological properties of cashew gum. *Carbohydrate Polymers* 29 (1), 25-27.
- Kirkwood, D. H. & Ward, P.J. (2008). Comment on the power law in rheological equations. *Materials Letters* 62 (24), 3981-3983.
- Koocheki, A., Mortazavi S. A., Shahidi, F., Razavi, S.M.A. & Taherian, A.R.. (2009). Rheological properties of mucilage extracted from *Alyssum homolocarpum* seed as a new source of thickening agent. *Journal of Food Engineering* 91, 490–496.
- León-Martínez, F. M., Méndez Lagunas, L. L. & Rodríguez, R. J. (2010). Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers* 81, 864–870.
- León-Martínez, F. M., Rodríguez-Ramírez, J., Méndez Lagunas, L. L. Medina Torres, L. & Bernad-Bernad M. J. (2011). Effects of drying conditions on the rheological properties of reconstituted mucilage solutions (*Opuntia ficus-indica*). *Carbohydrate Polymers* 84, 439–445
- Li, X., Fang, Y., Saphwan A., Phillips, G. O., Nishinari, K. & Zhang, H. (2009). Rheological study of gum arabic solutions: Interpretation based on molecular self-association. *Food Hydrocolloids* 23, 2394–2402.
- Liu, H., Michael, E. N. A. & Cui, S. W. (2006). Effects of yellow mustard mucilage on functional and rheological properties of buckwheat and pea starches. *Food Chemistry* 95, 83–93
- Macosko, C. W. (1994). Rheology, Principles, measurements and applications. Wiley-VCH.
- Majdoub, H., Roudesli, S., Picton, L., Le Cerf, D., Muller, G. & Grisel, M. (2001). Prickly pear nopal pectin from *Opuntia ficus indica* physico-chemical study in dilute and semi-dilute solutions. *Carbohydrate Polymers* 46, 69–79.
- Masters, K. (1985). Spray drying. George Godwin. London, p. 684.
- Masters, K. (1991). Spray drying Handbook. Ed 5th. London: Longman Scientific & Technical.
- Matsuhiro, B., Lillo, L. E., Sáenz, C., Urzúa, C. C., Zárata, O. (2006). Chemical characterization of the mucilage from fruits of *Opuntia ficus-indica*. *Carbohydrate Polymers*, 63, 263–267. McGarvie, D., & Parolis, H. (1979). The Mucilage of *Opuntia ficus-indica*. *Carbohydrate Research*, 69, 171–179.

- McGarvie, D. & Parolis, H. (1981a). Methylation analysis of the mucilage of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Research*, 88: 305–314.
- Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente E., Torrestiana Sánchez B. & Kattain R. (2000). Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). *Food Hydrocolloids* 14, 417-424.
- Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sánchez, B. & Alonso, S. (2003). Mechanical properties of gels formed by mixtures of mucilage gum (*Opuntia ficus indica*) and carrageenans. *Carbohydrate Polymers* 52, 143–150.
- Miretzky, P., Muñoz, C. & Carrillo-Chávez, A. (2008). Experimental binding of lead to a low cost on biosorbent: Nopal (*Opuntia streptacantha*). *Bioresource Technology*, 99, 1211–1217.
- Montgomery, D. C. (2005). *Diseño y análisis de experimentos*, 2ª edición, México Limusa Wiley.
- Muller, H. G. (1977). *Introducción a la Reología de los Alimentos*. Zaragoza, España.
- Nobel, P., Cavelier, J. & Andrade, J.L., 1992. Mucilage in *cactu* its apoplastic capacitance, associated solutes, and influence on tissue water relations. *Journal of Experimental Botany* 43 (250), 641–648.
- Obón, J. M., Castellar, M.R., Alacid, M. & Fernández-López, J.A. (2009). Production of a red–purple food colorant from *Opuntia stricta* fruits by spray drying and its application in food model systems. *Journal of Food Engineering* 90, 471–479.
- Oomah, B. D. & Mazza, G. (2001). Optimization of a spray drying process for flaxseed gum. *International Journal of Food Science and Technology*, 36, 135-143.
- Orozco, A. C., Díaz, S. C. Ramírez, V. D. & Yáñez, F. J. (2007). Secado por aspersion de mucílago de nopal, IX Congreso de Ciencia de los Alimentos y V Foro de Ciencia y Tecnología de Alimentos, 1-9.
- Rana, V., Kumar, V. & Soni, P. L.. (2009). Structure of the oligosaccharides isolated from *Dalbergia sissoo* Roxb. leaf polysaccharide. *Carbohydrate Polymers* 78, 520–525
- Rodríguez-Canto, A. (2000) *Producción y comercialización de pitahayas en México*. Claridades agropecuarias.
- Rodríguez-Félix, A. & Cantwell, M. (1988). Developmental changes in composition and quality of prickly pear cactus cladodes (nopalitos). *Plant Foods for Human Nutrition* 38, 83-93.
- Rodríguez-Hernández, G. R.; González-García, R.; Grajales-Lagunés, A. & Ruiz-Cabrera, M. A. (2005). Spray-Drying of Cactus Pear Juice (*Opuntia streptacantha*): Effect on the physicochemical properties of powder and reconstituted product. *Drying Technology* 23, 955–973.

- Saag, K.M.L., Sanderson, G., Moyna, P. & Ramos, G. (1975). Cactaceae mucilage composition. *Journal of Science Food Agriculture* 26, 993–1000.
- Sáenz C., Matsuhira B., Lillo L. E. Urzúa C. C. & Zárate O. (2005). Chemical characterization of the mucilage from fruits of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Polymers*, 263-267.
- Sáenz, C., Sepúlveda, E. & Matsuhira, B. (2004). *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environments*, 57, 275–290.
- Salvador, A., Sanz, T. & Fiszman, S. M. (2001). Rheological properties of xanthan gum-gelatine spray-dried mixtures. Application in a custard-like formulation. *Europe Food Research Technology* 212, 208-212.
- Sánchez, C., Renard, D., Robert, P., Schmitt, C., & Lefebvre, J. (2002). Structure and rheological properties of acacia gum dispersions. *Food Hydrocolloids*, 16 (3), 257–267.
- Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E. & Aceituno, C. (2007). Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of Arid Environments* 68, 534–545.
- Servais, C.; Jones, R. & Roberts, I., (2002). The influence of particle size distribution on the processing of food. *Journal of Food Engineering* 51, 201-208.
- Simas-Tosin, F.F., Barraza, R.R., Petkowicz, C.L.O., Silveira, J.L.M., Sasaki, G.L., Santos E.M.R., Gorin P.A.J. & Iacomini M. (2010). Rheological and structural characteristics of peach tree gum exudates. *Food Hydrocolloids* 24, 486–493.
- Somboonpanyakul, P., Wang, Q., Cui, W., Barbut, S. & Jantawat, P. (2006). Malva nut gum. (Part I): Extraction and physicochemical characterization. *Carbohydrate Polymers* 64, 247–253.
- Sopade, P.A., Halley, P.J., Cichero, J.A.Y., Ward, L.C., Hui, L.S. & Teo K.H. (2008). Rheological characterisation of food thickeners marketed in Australia in various media for the management of dysphagia. II. Milk as a dispersing medium. *Journal of Food Engineering* 84, 553–562
- Steffe, James F. (1996). *Rheological Methods in Food Process Engineering*. USA. Second edition.
- Stintzing, Florian C. & Reinhold, Carle. (2005). Cactus stems (*Opuntia* spp.): A review on the chemistry, technology, and uses. *Molecular Nutrition and Food Research* 49, 175-194.
- Trachtenberg, S. & Mayer, A. M. (1981). Composition and Properties of *Opuntia ficus indica* mucilage. *Phytochemistry* 20(12), 2665–2668.
- Trachtenberg, S. & Mayer, A. M. (1982). Biophysical properties of *Opuntia ficus indica* mucilage. *Phytochemistry*, 21(12), 2835–2843.

Treyball, R. E. (1996). *Operaciones Unitarias de Transferencia de Masa*. McGraw-Hill. México.

Truong, V., Bhandari, B. R. & Howes, T. 2005. Optimization of co-current spray drying process of sugar-rich foods. Part I—Moisture and glass transition temperature profile during drying. *Journal of Food Engineering* 71, 55–65.

Wang, Y., Wang, L., Li, D., Xue, J. & Mao, Z. (2009). Effects of drying methods on rheological properties of flaxseed gum. *Carbohydrate Polymers* 78, 213–219.

Walton, D. E. & Mumford, C. J. (1999). Spray dried products-characterization of particle morphology. *Institution of Chemical Engineers* 77, 21-38.

Yang, B., Wang, J., Zhao, M., Liu, Y., Wang, W. & Jiang, Y. (2006). Identification of polysaccharides from pericarp tissues of litchi (*Litchi chinensis* Sonn.) fruit in relation to their antioxidant activities. *Carbohydrate Research* 341, 634–638.

Zhao, M., Yang, N., Yang, B., Jiang, Y. & Zhang, G. (2007). Structural characterization of water-soluble polysaccharides from *Opuntia monacantha* cladodes in relation to their anti-glycated activities. *Food Chemistry* 105, 1480–1486.

ANEXO 1

ANALISIS DE VARIANZA

Rendimiento de polvos

Fuente de variación	GL	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de probabilidad	$\alpha = 0.05$
A: Te	1	784.8402	784.8402	18.21	0.002735*	0.9605
B: Va	1	126.3376	126.3376	2.93	0.125246	0.3263
AB	1	2.512225	2.512225	0.06	0.815300	0.0553
C: Fa	1	51.9841	51.9841	1.21	0.304063	0.1630
AC	1	39.62703	39.62703	0.92	0.365717	0.1356
BC	1	84.4561	84.4561	1.96	0.199137	0.2351
ABC	1	102.921	102.921	2.39	0.160865	0.2758
S	8	344.8177	43.10221			
Total (Ajustado)	15	1537.496				
Total	16					

Humedad en base seca de los polvos

Fuente de variación	GL	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de probabilidad	$\alpha = 0.05$
A: Te	1	46.43741	46.43741	91.93	0.000012*	1.0000
B: Va	1	13.07076	13.07076	25.87	0.000945*	0.9929
AB	1	5.609792	5.609792	11.10	0.010347*	0.8302
C: Fa	1	0.5334842	0.5334842	1.06	0.334182	0.1486
AC	1	4.053175	4.053175	8.02	0.022063*	0.6997
BC	1	0.244036	0.244036	0.48	0.506712	0.0944
ABC	1	34.38826	34.38826	68.07	0.000035*	1.0000
S	8	4.041318	0.5051648			
Total (Ajustado)	15	108.3782				
Total	16					

Temperatura de salida del aire

Fuente de variación	GL	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de probabilidad	$\alpha = 0.05$
A: Te	1	600.25	600.25	13.41	0.006379*	0.8926
B: Va	1	144	144	3.22	0.110588	0.3524
AB	1	225	225	5.03	0.055226	0.5046
C: Fa	1	144	144	3.22	0.110588	0.3524
AC	1	100	100	2.23	0.173308	0.2613
BC	1	156.25	156.25	3.49	0.098621	0.3769
ABC	1	240.25	240.25	5.37	0.049145*	0.5305
S	8	358	44.75			
Total (Ajustado)	15	1967.75				
Total	16					

* Término significativo aun $\alpha = 0.5$

Viscosidad límite a baja velocidad de corte

Fuente de variación	GL	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de probabilidad	$\alpha = 0.05$
A: Te	1	3.69E-06	3.69E-06	0.30	0.596	0.0778
B: Va	1	7.28E-05	7.28E-05	6.01	0.040*	0.5770
AB	1	2.20E-04	2.206E-04	18.20	0.003*	0.9604
C: Fa	1	2.12E-05	2.12E-05	1.75	0.222	0.2154
AC	1	9.95E-05	9.95E-05	8.22	0.021*	0.7102
BC	1	1.12E-04	1.12E-04	9.22	0.016*	0.7582
ABC	1	3.78E-07	3.78E-07	0.03	0.865	0.0528
S	8	9.68E-05	1.21E-05			
Total (Ajustado)	15	6.26E-04				
Total	16					

Tiempo característico

Fuente de variación	GL	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de probabilidad	$\alpha = 0.05$
A: Te	1	1.32E-04	1.320E-04	1.73	0.225	0.2127
B: Va	1	1.62E-04	1.62E-04	2.12	0.184	0.2504
AB	1	3.79E-04	3.79E-04	4.96	0.057	0.4991
C: Fa	1	7.16E-08	7.16E-08	0.00	0.976	0.0501
AC	1	5.90E-05	5.90E-05	0.77	0.405	0.1215
BC	1	1.24E-06	1.24E-06	0.02	0.902	0.0515
ABC	1	5.80E-06	5.80E-06	0.08	0.790	0.0568
S	8	6.12E-04	7.65E-05			
Total (Ajustado)	15	1.35E-03				
Total	16					

Índice de flujo

Fuente de variación	GL	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Relación F	Nivel de probabilidad	$\alpha = 0.05$
A: Te	1	0.03	0.03	1.63	0.238	0.2036
B: Va	1	5.18E-04	5.18E-04	0.03	0.867	0.0527
AB	1	0.29	0.29	16.59	0.004*	0.9441
C: Fa	1	0.15	0.15	8.80	0.018*	0.7385
AC	1	2.75E-03	2.75E-03	0.16	0.700	0.0645
BC	1	7.84E-03	7.84E-03	0.46	0.519	0.0918
ABC	1	5.79E-03	5.77E-03	0.33	0.579	0.08060
S	8	0.14	1.72E-02			
Total (Ajustado)	15	0.62				
Total	16					

* Término significativo aun $\alpha = 0.5$