

Universidad Pública de Navarra *Nafarroako Unibertsitate Publikoa*

ESCUELA TECNICA SUPERIOR DE INGENIEROS AGRONOMOS *NEKAZARITZAKO INGENIARIEN
GOI MAILAKO ESKOLA TEKNIKO*

Optimización del método de secado de β -glucano de cebada mediante spray-drying.

Presentado por

.....Irene Albero Elorza.....

GRADO EN INNOVACIÓN EN PROCESOS Y PRODUCTOS ALIMENTARIOS
*GRADUA NEKAZARITZAKO ELIKAGAIEN ETA LANDA INGURUNEAREN
INGENIARITZAN*

Junio, 2018/ *Urtea, hilabetea*

Resumen

Existen evidencias de los efectos beneficiosos para la salud del β -glucano de cebada y un creciente interés en disponer de este como ingrediente. Actualmente sólo existen en el mercado en forma de complementos dietéticos.

El objetivo primario de este trabajo es determinar las condiciones de obtención de polvo de β -glucano de alta pureza, mediante secado por aspersión.

El extracto de β -glucano fue obtenido por la Universidad de Lérida y proporcionado a la UPNA en el marco de colaboración entre ambas universidades dentro del grupo de acción Betaglucanos de Campus Íberus.

La variación del tiempo de sonicación de la emulsión antes del secado (0 a 60 minutos), la temperatura de secado (de 120 a 160 °C) y el caudal de alimentación del atomizador (0,20 a 0,60 l/h) proporcionaron rendimientos de secado menores del 17 %.

Las dificultades para secar el β -glucano solo, llevaron a plantear la posibilidad de obtener microcápsulas adicionando a la suspensión materiales de pared para proteger las moléculas de β -glucano. Para ello, se realizó un diseño de mezclas con tres materiales (goma mezquite, maltodextrina y caseína). La combinación de maltodextrina/caseína 25/75 fue la que proporcionó mejores resultados con un 44% de rendimiento de secado.

Finalmente se ensayó el secado del β -glucano con café obteniendo rendimientos de secado similares a los obtenidos con maltodextrina y caseína.

En conclusión encontramos dos vías factibles para atomizar el β -glucano, haciendo uso de un material de pared como coadyuvante o trabajar en el pretratamiento de la muestra.

Palabras clave

B-glucano, Spray-dryer, cebada, Turbiscan, micro-encapsulación.

Abstract

There is evidence of healthy effects of barley β -glucan and a growing interest in having them as an ingredient. Currently, β -glucan only exist in the market in the form of dietary supplements.

First objective of this work is to determine the conditions for obtaining high purity β -glucan powder by spray drying.

The β -glucan extract was obtained by the University of Lleida and provided to UPNA on the framework of collaboration between both universities through the β -glucan action group of Campus Íberus.

Variation of the sonication time of the emulsion before drying (0 to 60 minutes), drying temperature (from 120 to 160 °C) and the flow rate (0.20 to 0.60 l/h) provided drying yields less than 17%.

The difficulties to dry isolated β -glucan led to the possibility of obtaining microcapsules by adding wall materials to the suspension to protect the β -glucan molecules. For this, a design of mixtures with three materials (mesquite gum, maltodextrin and casein) was made. The combination of maltodextrin / casein 25/75 was the one that gave the best results with a 44% drying efficiency.

Finally, the drying of β -glucan with coffee was tested obtaining drying yields similar to those obtained with maltodextrin and casein.

In conclusion, we found two ways to atomize β -glucan, using wall materials as an adjuvant or working on the pretreatment of the sample.

Keywords

B-glucan, Spray-drier, barley, Turbiscan, microcapsulation.

Índice de figuras

Página

Figura 1. Estructura química donde se aprecian las uniones β -1,3 y β -1,4 del β -glucano. (Gangopadhyay et al., 2015).....	10
Figura 2: Aspecto de la solución de β -glucano recién descongelada.....	14
Figura 3. Fracciones de muestra para atomizar.	16
Figura 4: Film formado en las paredes del ciclón del spray-dryer debido a un secado ineficaz, provoca una gran pérdida del rendimiento y en ocasiones obstrucciones.	25
Figura 5: ciclón de recogida de muestra con surcos de agua.	26
Figura 6: Spray-Dryer con líquido debido a un incorrecto secado.	27
Figura 7: Polvo extraído de las pruebas en tubos Falcon.....	28
Figura 8: Tubos Falcon con resuspensión.....	30
Figura 9: Comparativa visual de la sedimentación de la solución en 30 minutos.	31
Figura 10: Floculación en las pruebas posteriores a la atomización en las soluciones con material de pared.....	31
Figura 11: Obstrucción en la aguja.	32
Figura 12: Cinética global de la desestabilización del café con B-glucano previo a su atomización.	33
Figura 13: Cinética global de la desestabilización del café con B-glucano tras su atomización.	34
Figura 14: Agregados de café soluble con B-glucano tras la resuspensión de la muestra.....	34
Figura 15: Espuma originada por la emulsión del café con el B-glucano tras su paso por el Ultra Turrax.	35
Figura 16: Film de B-glucano obtenido con 10 ml de solución al 1,5 % w/v en la estufa a 46 ° C durante 24 h.....	36

Índice de tablas

Página

Tabla 1: Ajuste de caudal.....	18
Tabla 2: Elección del sonotrodo en función del volumen de la muestra. Hielscher Ultrason Technology (2009)	19
Tabla 3: Diseño experimental de los materiales de pared	21
Tabla 4: Rediseño de los materiales de pared. de pared.....	22
Tabla 5: Resultados de las pruebas con 0 minutos de sonicación.....	24
Tabla 6: Resultados de la repetición de los experimentos con 0 minutos de sonicación.	25
Tabla 7: Diseño experimental de pruebas de ajuste.....	27
Tabla 8: Resultados del diseño inicial con los distintos materiales de pared.	29
Tabla 9: Resultados de las pruebas de microencapsulación.	29
Tabla 10: Resultados del rendimiento de la prueba de la solución de B-glucano con café soluble.	32

Índice

	Página
Resumen y Palabras clave	8
1. Introducción y objetivos	
1.1. Descripción del problema a estudiar y justificación del trabajo.	11
1.2. Revisión bibliográfica.	
1.2.1 β -glucanos.	11
1.2.2 Características físico-químicas de los β -glucanos.	11
1.2.3 Cebada y β -glucanos de cebada	12
1.2.4 Efectos saludables de los β -glucanos de cebada	13
1.2.5 Usos de los β -glucanos en la industria.	14
1.2.6 Secado por atomización	14
1.3 Objetivos.	14
2. Materiales y métodos	
2.1. Materiales.	14
2.2. Métodos.	
2.2.1. Preparación y fraccionamiento de la muestra.	15
2.2.2. Determinación de humedad.	16
2.2.3. Rendimiento de secado.	16
2.2.4. Higroscopicidad.	17
2.2.5. Grado de apelmazamiento.	17
2.2.6. Estabilidad de la emulsión.	17
2.2.7. Secado por atomización.	18
2.3. Diseño experimental	
2.3.1. Diseño experimental condiciones de secado	20
2.3.2. Diseño experimental materiales de pared	21
2.3.3. Prueba con café soluble	22
3. Resultados y discusión	
3.1. Resultado de las condiciones de secado.	
3.1.1. Rendimiento.	22
3.2. Resultado de los materiales de pared.	
3.2.1. Rendimiento.	28
3.2.2. Pruebas de estabilidad de la emulsión	29
3.3. Resultado del atomizado de café soluble con β -glucano.	31
3.3.1. Rendimiento.	31
3.3.2. Pruebas de estabilidad de la emulsión.	
4. Conclusiones.	34
5. Alternativas futuras.	34
6. Bibliografía	35
7. Anexos	
7.1. Informes del Turbiscan	39
7.2. Ficha técnica caseína	55

Introducción y objetivos

1.1. Descripción del problema a estudiar y justificación del trabajo.

Los β -glucanos han adquirido un gran interés por sus propiedades prebióticas y promotoras de la salud. Los β -glucanos son compuestos bioactivos principales que se sabe que tienen actividades biológicas que incluyen propiedades anticancerígenas, antiinflamatorias y moduladoras del sistema inmune (Zhu et al., 2015).

Debido a las propiedades físicas específicas de los β -glucano, tales como la solubilidad en agua, la viscosidad y la capacidad de gelificación, se ha utilizado cada vez más en la industria alimentaria y otras como la farmacéutica y la química. Los datos indican que los β -glucanos desempeñarán un papel cada vez más importante en los sectores alimentarios y médicos mundiales actuales y futuros (Pizarro C, Ronco M, & Gotteland R, 2014)

Vista la importancia que se prevé alcance en el futuro en el campo alimentario se hace de vital importancia buscar un buen método de aislamiento y que no cambie las propiedades del producto. Para obtener un aislado con un alta concentración y buenas características podemos emplear métodos de secado como la atomización o la liofilización. El método de secado por atomización es más barato lo que hace que sea una mejor opción para productos como los alimentarios en los que no se consigue un gran valor añadido. Por ello, en este trabajo se estudiarán las condiciones de secado del β -glucano mediante atomización.

1.2 Revisión bibliográfica

1.2.1 β -glucanos

Los β -glucanos son polímeros de glucosa (polisacáridos), de elevado peso molecular, que se encuentran en forma natural en la pared celular de diversos organismos vivos como bacterias, levaduras, hongos y plantas (cereales como avena y cebada).

Dado que existen diferentes tipos de β -glucano y que, en función de los enlaces que este forma y por tanto del peso molecular que adquiere, realiza unas funciones biológicas u otras, es importante resaltar que el trabajo está centrado en β -glucano de origen cereal aislados de la cebada, especialmente con utilidad para la protección cardiovascular, usos cosméticos (cremas tópicas y los geles de tratamiento terapéutico) y como aditivos en los alimentos debido a su formación características de gel (Zhu et al., 2015).

1.2.2 Características físico-químicas de los β -glucanos

Los extractos de β -glucano son muestras muy difíciles de trabajar y deben tenerse en cuenta los problemas a los que hay que hacer frente como son la viscosidad del extracto y su gelificación.

La viscosidad de los β -glucanos es un factor en parte responsable de la regulación de la glucosa y reducción del colesterol sanguíneo en personas con hipercolesterolemia. Es importante por tanto demostrar que la muestra de β -glucanos tiene la viscosidad adecuada para

esta función, no obstante se puede permitir una disminución reversible en la viscosidad con temperaturas más altas para el proceso industrial de β -glucanos porque permite un bombeo y una agitación más fáciles y por tanto conlleva un menor consumo de energía. (Papageorgiou, Lakhdara, Lazaridou, Biliaderis, & Izydorczyk, 2005).

Las diferencias en características fisicoquímicas existen entre los diferentes genotipos de β -glucanos, y los polímeros más largos tienen una mayor influencia en la viscosidad que los polímeros más cortos. Es por ello que la viscosidad no es un indicador confiable del contenido de β -glucanos. La presencia de otros componentes de la cebada además de los β -glucanos en la fracción extraída son otros factores importantes responsables del cambio de viscosidad, que explica las diferencias en comportamiento en las diferentes muestras. Otro factor importante que afecta a la viscosidad de los extractos de β -glucanos es el nivel de actividad de la beta-glucanasa endógena, una enzima que debe inactivarse durante la extracción (Zechner-Krpan, Petravić-Tominac, et al., 2010)

Otra característica propia a tener en cuenta de las soluciones de β -glucanos es el proceso de gelificación que dificulta el manejo de las muestras.

Los agregados son causados por la asociación a través de enlaces de hidrógeno. Debido a la similitud de p-D- (1,3) (1,4) glucano con celulosa, se forman regiones cuasi cristalinas de bloques (1-4) asociados. Los enlaces simples (1,3) evitan la cristalización de las secciones de cadena más largas y provocan la aparente solubilidad en agua del P-D- (1,3) (1,4) -glucano. Debido a esto, los glucanos de fl-D- (1,3) (1,4) tienden a formar geles debido a la asociación parcial a través de enlaces de hidrógeno. El gel causa enormes dificultades en el procesamiento y actuando dañando la economía del proceso. (Zechner-Krpan, Petravić-Tominac, et al., 2010)

1.2.3 Cebada y β -glucanos de cebada

La cebada (*Hordeum vulgare* L.) es un grano de cereal muy importante en algunas culturas alrededor del mundo, particularmente en Asia y el norte de África, y hay un renovado interés en todo el mundo en la comida de cebada debido a su valor nutricional.

El interés renovado en la cebada para uso alimentario, en gran medida se centra en los efectos de los β -glucanos sobre la reducción de los niveles de colesterol en la sangre y el índice glucémico.

Los alimentos integrales de cebada también parecen estar asociados con un aumento de la saciedad y la pérdida de peso. Ahí reside el gran potencial para utilizar la cebada en una gran cantidad de productos alimenticios a base de cereales como un sustituto parcial o total de los cereales en uso actualmente, como el trigo (*Triticum aestivum* L.), la avena (*Avena sativa* L.), el arroz (*Oryza sativa* L.) y maíz (*Zea mays* L.)

En los últimos tiempos, alrededor de dos tercios de la cosecha de cebada se ha utilizado para alimento, un tercio para maltear y aproximadamente 2% para comida directamente. Sin embargo, a lo largo de su historia, se ha mantenido como una importante fuente de alimentos para algunas culturas principalmente en Asia y el norte de África. La cebada es posiblemente

el cereal más ampliamente adaptado especies de grano con producción en latitudes y altitudes más altas y más lejos en los desiertos que cualquier otro cultivo de cereales. En ciertas regiones geográficas la cebada sigue siendo una fuente principal de alimentos hoy en día, por ejemplo, las naciones del Himalaya, Etiopía y Marruecos (Baik & Ullrich, 2008).

Entre los cereales que poseen mayor contenido de β -glucanos (en g por 100 g de peso seco) está la cebada (2-20 g, con 65% hidrosoluble), seguida por la avena (3-8 g, con 82% hidrosoluble). Otros cereales también lo contienen, pero en cantidades mucho menores tales como el sorgo (1,1 a 6.2 g), el centeno (1,3 a 2,7 g), el maíz (0,8-1,7 g), el triticale (0,3-1,2 g), el trigo (0,5-1,0 g), y el arroz (0,13 g) (Pizarro C, Ronco M, & Gotteland R, 2014)

Los β -glucanos de cebada y avena, junto con otros polisacáridos, se producen en las paredes de las células del endosperma que encierran reservas de almidón, proteína matricial y lípidos del grano (Gangopadhyay et al., 2015)

Dependiendo de su origen, los β -glucanos tienen diferentes estructuras químicas y diferentes masas moleculares. Por ejemplo, las cadenas moleculares de los β -glucanos de las levaduras de panificación consisten en cadenas con enlaces β -(1, 3) y β -(1, 6) mientras que los β -glucanos de cereales son polisacáridos de glucosa con enlaces β -(1, 3) y β -(1, 4) (Zhu et al., 2015).

Estas diferentes estructuras dan lugar a diferentes actividades biológicas.

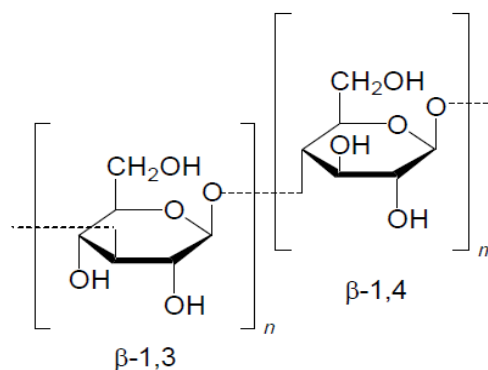


Figura 1. Estructura química donde se aprecian las uniones β -1,3 y β -1,4 del β -glucano. (Gangopadhyay et al., 2015)

1.2.4 Efectos saludables de los β -glucano de cebada

El β -glucano exhibe un amplio espectro de actividades biológicas que incluyen propiedades antitumorales, inmunomoduladoras, antienvjecimiento y antiinflamatorias. El β -glucano de los cereales ayuda a reducir el colesterol y la glucosa en sangre (Zhu et al., 2015).

Los efectos fisiológicos de los β -glucanos de cereales se atribuyen principalmente a sus características fisicoquímicas y estructurales que interactúan con el tracto gastrointestinal, reflejándose en su capacidad de generar soluciones viscosas en el intestino delgado y fermentación en el colon (Pizarro C, Ronco M, & Gotteland R, 2014).

Los β -glucanos son inocuos y actualmente son utilizados por las empresas de alimentos como agentes texturizantes. Además, antecedentes científicos sugieren que, dependiendo de su estructura fisicoquímica y de su origen, su consumo se asociaría a efectos beneficiosos para la salud del ser humano como la disminución de la concentración plasmática de colesterol total y la reducción del índice glicémico de los alimentos que lo incluyen. La alegación de salud sobre consumo de β -glucanos de cereales y disminución del colesterol ha sido aceptada tanto por la FDA de EE.UU. como por la EFSA de la U.E. Por esta razón los β -glucanos están siendo utilizados cada vez más para el desarrollo de alimentos funcionales en varios países del mundo (Pizarro C, Ronco M, & Gotteland R, 2014).

La EFSA (European Food Safety Authority) en su Reglamento (UE) n° 432/2012 de la Comisión, de 16 de mayo de 2012, por el que se establece una lista de declaraciones autorizadas de propiedades saludables de los alimentos distintas de las relativas a la reducción del riesgo de enfermedad y al desarrollo y la salud, texto pertinente a efectos del EEE mantiene que “Los β -glucanos contribuyen a mantener niveles normales de colesterol sanguíneo. Esta declaración puede utilizarse únicamente respecto a alimentos que contengan, como mínimo, 1 g de β -glucanos procedentes de avena, salvado de avena, cebada o salvado de cebada, o bien de mezclas de estos β -glucanos por porción cuantificada. Para que un producto pueda llevar esta declaración, se informará al consumidor de que el efecto beneficioso se obtiene con una ingesta diaria de 3 g de β -glucanos procedentes de avena, salvado de avena, cebada o salvado de cebada, o bien de mezclas de estos β -glucanos” (2012, Diario oficial de la Unión Europea)

Actualmente la estrategia de elaborar alimentos enriquecidos en β -glucanos por sus efectos saludables, se lleva a cabo adicionando avena al producto, fundamentalmente en galletas y snacks como es el ejemplo las Avenacol ® de Cuétara.

Otra alternativa de interés podría ser el café ya que, el café posee beneficios añadidos a los β -glucanos:

El consumo regular de cantidades realistas de un producto soluble de café mezcla de verde y tostado (35:65), rico en derivados hidroxicinámicos, produce efectos beneficiosos sobre la salud cardiovascular en individuos hipercolesterolémicos, reduciendo los niveles séricos de colesterol total, LDL-colesterol, VLDL-colesterol y triglicéridos, sin producir cambios en los sujetos sanos. Además, la ingesta del producto de café estudiado disminuye la tensión arterial y la frecuencia cardíaca y aumenta la capacidad antioxidante en suero de todos los voluntarios, disminuyendo también el daño oxidativo a lípidos y proteínas. Así mismo, reduce los niveles de glucosa en ayunas tanto en el grupo de población sana como en el de riesgo cardiovascular, aumentando la sensibilidad a la insulina (Martínez López Sara, 2014)

El consumo prolongado de cantidades moderadas y realistas de los productos de cacao y café estudiados tiene un efecto beneficioso para la salud cardiovascular. En el caso del cacao principalmente a través del incremento de la concentración de HDL-colesterol, y en el del café por sus efectos hipotensivos, hipolipémicos, hipoglucémicos y antioxidantes, fundamentalmente, observándose además una acción positiva sobre la composición corporal relacionada con la menor secreción de hormonas digestivas y adipoquinas. Estos resultados

indican que el consumo de estos alimentos es recomendable para la población en general, mostrando el café mezcla tostado/verde beneficios adicionales que permiten su recomendación a personas con sobrepeso o en las primeras fases de la diabetes tipo 2 (Martínez López Sara, 2014).

El proceso de producción del café soluble es muy similar al del café regular. Los granos de café verdes son cuidadosamente seleccionados, tostados y molidos. Una vez molido, el café se disuelve en agua en un proceso llamado extracción. Después se seca mediante secado por congelación o secado por aspersión. El proceso de producción del café soluble es muy similar al del café regular. Los granos de café verdes son cuidadosamente seleccionados, tostados y molidos. Una vez molido, el café se disuelve en agua en un proceso llamado extracción. Después se seca mediante secado por congelación o secado por aspersión (2018, Nescafé)

Es decir, podría ser posible incorporar el β -glucano en la concentración adecuada directamente a la solución de café molida y atomizar ambos productos a la vez.

1.2.5 Usos de beta-glucanos en la industria

Como se ha indicado arriba las distintas conformaciones del β -glucano le otorgan distintas funciones activas. En resumidas cuentas, según estas conformaciones se puede utilizar como complemento alimenticio o ingrediente funcional, para modificar las texturas (por ejemplo interesante para el caso de alimentos destinados a la disfagia ya que en principio no se ve afectado por el calor (al menos no hasta temperaturas altas) como por ejemplo sí que lo hace la gelatina o el agar) y por sus propiedades cicatrizantes en la industria cosmética. En el caso del β -glucano procedente del cereal nos importan sobre todo las dos primeras funciones como se detalla a continuación.

El β -glucano del cereal mostró un gran potencial como espesante o estabilizador en los productos alimenticios. Sin embargo, la investigación adicional se centrará en su desempeño en los sistemas alimentarios. Es difícil mantener la consistencia, la reproducibilidad y la fiabilidad de diferentes β -glucanos debido a las actividades variables de las fuentes de materia prima y la estructura del β -glucano. Por lo tanto, es necesario establecer los protocolos estándar para la recolección de las fuentes y para la extracción, aislamiento, purificación y preparación de β -glucano. Estos serán útiles para aplicaciones de β -glucano en alimentos, medicamentos y productos cosméticos. Para hacer un mejor uso del β -glucano, los fabricantes y procesadores de alimentos deben llamar la atención no sólo para garantizar una concentración suficiente de β -glucano en la materia prima, sino también para los métodos de procesamiento y las propiedades fisicoquímicas del β -glucano, disminuyendo la descomposición mecánica y enzimática de los β -glucanos en el producto final y la optimización de las condiciones de procesamiento (Zhu, Du, & Xu, 2016)

1.2.6 Secado por atomización

El secado por atomización o aspersión se define como el proceso mediante el cual se convierte un producto o alimentación de un estado líquido inicial a otro pulverizado. De forma casi instantánea se obtiene un sólido seco utilizando aire caliente como medio de suministro

del calor necesario para el secado. En el caso de secado por aspersión para alimentos, la temperatura del aire caliente varía entre los 200 °C y los 300 °C.

El efecto que el proceso de secado por aspersión tiene es la pulverización fina del material líquido original. La pulverización produce una niebla que entra en contacto con el aire caliente.

De manera general, los pasos para el secado por aspersión son los siguientes:

- Se tiene un producto inicial en estado líquido
- El producto inicial entra en contacto con el aire caliente
- Se seca hasta el grado que se necesita
- Se recupera el producto final

Todo este proceso se lleva a cabo en una cámara de secado que tiene forma cilíndrica y cuenta con un cono en su parte inferior. La idea es que se pueda retirar el polvo obtenido en este proceso por efecto de la gravedad, a través del cono de la cámara de secado. El aire caliente se enfría y es expulsado por un tubo de salida que se encuentra justo en medio de la cámara de secado. En algunos casos, el aire caliente recibe un tratamiento después de ser utilizado para que vuelva a estar en condiciones de ser expulsado al ambiente. En otros casos se recircula por el sistema de secado hasta que pierde sus propiedades.

Los polvos se depositan en la parte inferior del cono, en donde son recuperados. (Quiminet, 2018).

1.3 Objetivos

El objetivo primario de este trabajo es determinar las condiciones de obtención de polvo de β -glucano de alta pureza, mediante secado por aspersión.

Posteriormente se trabajó con un objetivo secundario de evaluar los mejores materiales de pared para coadyuvar al proceso de atomización y mejorar su rendimiento.

2. Materiales y métodos

2.1 Materiales

La solución de β -glucano de alta pureza fue obtenida por la Universidad de Lérida y proporcionada a la UPNA en el marco de colaboración entre ambas universidades dentro del grupo de acción β -glucanos de Campus Íberus. El β -glucano se proporcionó en forma de suspensión de alrededor del 5 % w/v de β -glucano, congelada. La maltodextrina National M3 de tapioca fue proporcionada por National Starch (EE. UU) La goma de mezquite es de la compañía Natural Products (México). La caseína, cuya ficha técnica se presenta en el anexo 7.2, fue comprada a la empresa Prodiel 87 B (Francia). El café soluble es un producto de una

conocida marca comercial de referencia. Complementariamente se utilizó agua tipo II producida en la misma universidad.

2.2 Métodos

2.2.1 Preparación y fraccionamiento de la muestra

Partimos de una solución de β -glucano de alta pureza aproximadamente al 5% w/v, congelada (lote: 18/07/17). Se trata de una suspensión de consistencia espesa y color blanquecino opaco con tendencia a aglutinarse y sedimentar (Figura 2).



Figura 2: Aspecto de la solución de β -glucano recién descongelada.

La muestra se guardó congelada durante todo el desarrollo del trabajo y hasta que se requería usarla.

Durante todo el trabajo hay que tener en cuenta que la muestra ha de permanecer descongelada el menor tiempo posible, pues podrían alterarse sus propiedades físico-químicas, produciéndose normalmente una gelatinización de la muestra.

El lote de muestra que se utilizó para el trabajo se encontraba dividido en dos fracciones. El peso de ambas fracciones fue de 898,7 g y 718,3 g.

Ambas fracciones se descongelaron, se mezclaron y homogeneizaron y obtuvimos 1617 g de solución.

Teniendo en cuenta las cantidades que se necesitan para cada proceso de secado y para cada análisis de la estabilidad de la emulsión, para que la muestra no se deteriorase por continuas congelaciones y descongelaciones, fraccionamos la muestra de la siguiente manera:

Para trabajar con el spray-dryer necesitamos una concentración de 1,5 % w/v concentraciones mayores impiden una correcta atomización. También es una concentración adecuada para el Turbiscan, (Zechner-Krpan, V., Petravic-Tominac, V., Galovic, P., Galovic, V., Filipovic-grcic J. y Srecec, 2010)

En cada tubo del Turbiscan se analizan 20 ml al 1,5 % w/v esto es 0,3 g por tubo. Además para la humedad se necesita 0,5 g. Como se estima poco rendimiento se puede reutilizar los 0,5 gramos del desecador para la resuspensión. Esto es 0,50 gramos mínimos por experimento, como vamos a realizar 9 experimentos por semana necesitaremos 4,5 gramos de β -glucano en cada bote.

Para prepararnos para el trabajo realizamos atomizaciones en leche semidesnatada comercial. Como sabemos que las pérdidas durante el secado son grandes estimamos unas pérdidas superiores al 50% esto es necesitamos redondeado unos 10 g de β -glucano sabiendo que en la solución se encuentra al 5% w/v por una sencilla regla de tres observamos que necesitamos fraccionar el lote en botes de 200 g.

Fraccionamos la muestra y obtuvimos 8 fracciones (6 necesarias y dos extras) que guardamos en botes de plástico opaco en el congelador de la planta piloto hasta su uso.

Para comprobar la concentración real de β -glucano evaluaremos el extracto seco, para ello ponemos en placas de aluminio 10 ml de la solución inicial de partida en una estufa a 45° durante 24 h para ello usaremos uno de los botes sobrantes. Realizaremos esta prueba por cuadruplicado.

La fórmula del extracto seco sería la siguiente:

$$\text{Extracto seco (g/ml)} = \frac{\text{Peso de la placa con solución tras 24 horas en estufa (g)} - \text{peso de la placa (g)}}{\text{Volumen de solución secado (ml)}}$$

Tras las pruebas se obtuvo que la concentración (basada en el extracto seco) de la muestra de partida era de 49,99 \pm 0,82 g/L.

Consideraremos que el peso equivale al volumen. De esos 200 g al 5 % w/v queremos conseguir una concentración de 1,5 % w/v para ello añadiremos a la fracción 470 ml de agua destilada obteniendo así una concentración de 1,49 % w/v.

Tras la dilución volvemos a evaluar el extracto seco de la misma manera (y por cuadruplicado) para comprobar que trabajamos con las concentraciones adecuadas y obtuvimos que la concentración para atomizar la muestra sería de 15,04 \pm 0,82 g/L

De esos 670 ml, se harán 9 fracciones de 74 ml cada una que serán las que se pasarán por el spray-dryer.

Para utilizarlos se dejan descongelar a temperatura ambiente.



Figura 3. Fracciones de muestra para atomizar.

Las muestras se guardaron dentro de botes opacos y herméticos de PET en una barqueta debidamente identificadas bajo congelación en la cámara frigorífica de la planta piloto.

2.1.2 Determinación de humedad

Se determinara la humedad post atomizado para comprobar la efectividad del proceso.

El contenido de humedad se medirá en una balanza de humedad ST-H50 (Gram Precision, España) a 105 °C, tomando medidas cada 20 segundos hasta tres medidas iguales. Para cada medida, se usaron 0,5 g de muestra (Davidov-Pardo, Arozarena, & Marín-Arroyo, 2013).

2.1.3 Rendimiento de secado

Durante el proceso de atomizado es frecuente perder algo de la muestra que se queda adherida a las paredes del ciclón. Para determinar cuanta cantidad de producto se obtiene tras el procesamiento se estudia el rendimiento.

El polvo extraído se pesa y se mide el rendimiento con la siguiente fórmula:

$$\text{Productividad/Rendimiento del proceso de secado} = \frac{\text{Material total obtenido}}{\text{material total utilizado}} \times 100$$

2.1.4 Higroscopicidad

Para todas las pruebas de microencapsulamiento (con materiales de pared y con café) se estudiaron la higroscopicidad y el grado de apelmazamiento Estos criterios miden la capacidad

de las microcápsulas para mantener su integridad durante la producción y el uso (Davidov-Pardo et al., 2013)

Para evaluar la capacidad de las microcápsulas para absorber agua, se extendió aproximadamente 1 g de polvo distribuido uniformemente sobre placas de Petri (9 cm de diámetro) para permitir una gran área superficial entre el aire húmedo y el polvo. Los platos se colocaron en un desecador bajo las siguientes condiciones: $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (temperatura ambiente) y 75% de humedad relativa usando una solución saturada de NaCl. Para realizar la solución saturada empleamos 200 g de NaCl en 60 ml de agua destilada.

Después de 150 minutos, la ganancia en peso de las muestras se consideró uniforme y se sacaron del desecador. Se midió el aumento de peso por gramo de sólidos en polvo para comparar las higroscopiedades. Para este análisis y sus condiciones nos basamos en el estudio de Davidov Pardo et al. (2013)(Davidov-Pardo et al., 2013)

2.1.5 Grado de apelmazamiento

Para medir el grado de apelmazamiento se hizo lo siguiente: Después de la determinación de higroscopiedad, la muestra húmeda se colocó en un horno de vacío a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante la noche. Después de enfriar, la muestra seca se pesó y se transfirió a un tamiz de $500\text{ }\mu\text{m}$. El tamiz fue agitado durante 5 minutos en un aparato de agitación (Davidov-Pardo et al., 2013).

El grado de apelmazamiento se evaluó de la siguiente manera:

$$\text{Grado de apelmazamiento (\%)} = \frac{100 * \text{Cantidad de polvo que queda en el tamiz}}{\text{Cantidad inicial del polvo}}$$

2.1.6 Estabilidad de la emulsión

Para estudiar la estabilidad de las emulsiones de β -glucano, antes y después del secado, se utilizó un equipo Turbiscan Lab.

Como queremos observar la estabilidad del producto estudiaremos con el Turbiscan la muestra homogeneizada en la concentración deseada y luego tras la atomización suspenderemos una cantidad del atomizado para alcanzar la misma concentración y volveremos a pasar la muestra por el TurbiScan para comprobar los cambios.

El Turbiscan ® es un sistema óptico que permite estudiar la estabilidad de emulsiones y dispersiones. Como hemos dicho anteriormente la actividad del β -glucano depende de su tamaño y aglomeración estudiar como se ve afectada la estabilidad de la muestra por el proceso de secado es clave por tanto. El análisis *smart* es una de las opciones del equipo que realiza mediciones cada 30 segundos y superpone los resultados en una misma gráfica lo cual permite ver la evolución de la muestra a lo largo del tiempo.

Numerosas pruebas con la muestra nos permitieron ver que media hora era suficiente para apreciar los efectos de la sedimentación.

2.1.7 Secado por atomización

Para el secado por atomización se utilizó un equipo Mini Spray Drier B-191 (Büchi, Switzerland).

El equipo de Spray-Dryer disponible no determina un caudal de aspiración por lo que es necesario calcularlo. Para ello empleamos un método por aproximación. El método seguido fue poner en una báscula un peso de agua destilada conocido y medir el peso absorbido por la bomba a distintos porcentajes en un minuto.

El agua destilada a temperatura ambiente (aproximadamente 25 °C como en el laboratorio) presenta una densidad aproximada de 1000 kg/m^3 o lo que es lo mismo, 1 kg de agua, equivale a 1 litro de peso y consecuentemente 1g equivale a un ml. De esta manera sólo hay que multiplicar los gramos absorbidos de agua por minuto por 60 minutos que tiene una hora para obtener el caudal en g/h y dividiendo los resultados obtenidos entre mil obtenemos el valor en l/h.

La realización del ajuste de caudal se evaluó por triplicado.

Tabla 1: Ajuste de caudal

Porcentaje de la bomba	Gramos absorbidos por minuto (media y desviación típica)	Caudal calculado (l/h)
10%	2,210 ± 0,011	132,6
15%	3,360 ± 0,010	201,6
20%	4,30 0 ± 0,010	258
30%	6,400 ± 0,008	384
32%	6,900 ± 0,012	414
45%	9,350 ± 0,015	561
47%	9,900 ± 0,011	594
48%	10,100 ± 0,009	606

Tras estas pruebas se extrajo que para obtener un caudal de 0,2 l/h se tenía que poner la bomba al 15%, para un caudal de 0,4 l/h se tenía que poner la bomba al 21% y para un caudal de 0,6 l/h se tenía que poner la bomba a un caudal al 48%.

Posteriormente, pese al caudal calculado se observó que el tiempo de atomización era cada vez más largo que el esperado probablemente debido a un ensuciamiento de la maquinaria.

Previamente al secado para homogeneizar la muestra se utilizó un Ultra Turrax T25 Basic (IKA, Germany) con la velocidad de 16000 rpm.

Se trabajó con una ratio de aspiración de 100% y una presión del aire del 60%

Estas condiciones se fijaron evaluando los distintos estudios previos.

Previamente al secado, se planteó realizar en alguna de las fracciones un tratamiento de sonicación recomendado en algunos de los artículos para mejorar la estabilidad de la muestra y por tanto su procesado.

La estabilización de las suspensiones de β -glucano, lograda mediante sonicación, es una característica beneficiosa importante para su posible aplicación en las preparaciones farmacéuticas e industriales. El secado por pulverización de β -glucanos sometidos a ultrasonidos preservó la microestructura original de las partículas. Esas partículas mostraron una débil tendencia a la aglomeración y formaron polvo fino y no agregado (Zechner-Krpan, V., Petravic-Tominac, V., Galovic, P., Galovic, V., Filipovic-grcic J. y Srecec, 2010)

Es por ello que se decidió trabajar con sonicación con el equipo de Ultrasonidos UP400S (Hielscher, Germany)

El sonotrodo adecuado según el modelo del equipo y el volumen de muestra a trabajar sería el de diámetro 7 (referencia a la ficha técnica)

Tabla 2: Elección del sonotrodo en función del volumen de la muestra. Hielscher Ultrason Technology (2009)

sample volume (ml)	UP50H	UP100H	UP200H	UP200S	UP400S
0.01 - 0.50	0.5	0.5			
0.1 - 5.0	1	1	1	1	
2 - 50	2	2	2	2	
5 - 100	3	3	3	3	3
10 - 250	7	7	7	7	7
20 - 500		10			
50 - 1000			14	14	14
100 - 2000					22

Para la sonicación, llenaremos una barqueta de hielo. Se preparó una suspensión de β -glucano, que contenía 1,5 % (p/v) de β -glucano húmedo, como se describe en la sección previa y se homogeneizó mediante agitación vigorosa durante un minuto. Posteriormente se emplearán (ciclos sónicos de 48 s con 12 s de pausa entre ciclos), usando una frecuencia de salida ultrasónica de 12 kHz/s a 192 vatios (Zechner-Krpan, Petravić-tominac, et al., 2010)

Tras los bajos rendimientos obtenidos al secar el β -glucano solo, se planteó el secado con otros materiales como son maltodextrina, goma mezquite y caseína.

Los materiales de elección fueron escogidos de la siguiente manera:

La zeína podría haber sido candidato como material de pared pero se rechazó porque su solubilización únicamente se da en alcohol y nos interesaba encontrar materiales de pared solubles en agua para no cambiar el proceso mucho respecto a cómo lo habíamos trabajado hasta ahora. También que el atomizado sea soluble en alguna es indispensable sobre todo desde el aspecto del alimento funcional o el café soluble con β -glucano

Las maltodextrinas son carbohidratos de bajo peso molecular que son solubles en agua y crean microcapsulas con superficie regular

En contraposición como un carbohidrato con largas cadenas y muchas ramificaciones tenemos a la goma mezquite (Gaonkar, A., Vasisht, N., Khare, A. y Sobel, R., 2014).

Por último para la elección de la caseína se vio que la reducción enzimática en el peso molecular de β -glucano limita el rango de atracción entre micelas y permite que la fase estable exista a una concentración de β -glucano mayor para cualquier fracción volumétrica de micelas de caseína. (Tewa-Tagne, Briançon, & Fessi, 2007)(Repin, Scanlon, & Gary Fulcher, 2012).

En todos los casos el polvo extraído de todas las atomizaciones se guarda en a temperatura ambiente en un tubo falcon cerrado. Los tubos Falcon se guardan debidamente marcados en un contenedor hermético de protección de humedad.

2.2 Diseño experimental

2.2.1 Diseño experimental condiciones de secado

Para buscar las mejores condiciones de secado se realizó un diseño experimental completo con las siguientes condiciones

- Temperatura de salida: ($120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $160\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)
- Caudal: (0,20 l/h, 0,40 l/h y 0,60 l/h) a temperatura ambiente.
- Tiempo de sonicación: (0, 30 y 60 minutos)

Las condiciones de temperatura se determinaron basándonos en el trabajo de Chronakis, Öste Triantafyllou, & Öste (2004)

Este diseño completo supone un total de 27 experimentos que, haciendo dos repeticiones de cada experimento requiere de un total de 54 ensayos.

El diseño no se completó debido a que los rendimientos eran muy bajos, se vio que las condiciones de trabajo no eran las adecuadas para una consecución de los objetivos y se decidió buscar otras alternativas para el secado.

2.2.2 Diseño experimental materiales de pared

Como el rendimiento del secado del β -glucano era muy bajo se realizó un cambio del planteamiento inicial.

Se realizó un diseño experimental comparativo con tres materiales de pared como coadyuvantes del proceso de secado.

- Goma mezquite.
- Maltodextrina.
- Caseína (ficha técnica en el anexo)

Los materiales de pared para las microcápsulas se mezclaron siguiendo las proporciones de un diseño de experimento de centroid simplex (MDOE) mostrado en la Tabla 3. La relación de material de pared: núcleo utilizado fue 2: 1 (Davidov-Pardo et al., 2013)

El disolvente utilizado fue agua destilada de tipo II

Tabla 3: Diseño experimental de los materiales de pared

Experimento	Goma Mezquite	Maltodextrina	Caseína
GM100	100 %	0 %	0 %
M100	0 %	100 %	0 %
C100	0 %	0 %	100 %
GM50-M50	50 %	50 %	0 %
GM50-C50	50 %	0 %	50 %
M50-C50	0 %	50 %	50 %
MG33-M33-C33	33 %	33 %	33 %
MG66-M16-C16	66,6 %	16,6 %	16,6 %
MG16-M66-C16	16,6 %	66,6 %	16,6 %
MG16-M16-C66	16,6 %	16,6 %	66,6 %

La mezcla de materiales se realizóa temperatura ambiente mediante agitador magnético durante 1 minuto y luego se procesaron por el Ultra Turrax durante 5 minutos a 11000 rpm (Davidov-Pardo et al., 2013)

Tras las primeras pruebas con los materiales por separado (las pruebas de 100% un solo material de pared), se comprobó que la goma mezquite no resultaba práctica como material de pared para el β -glucano al reforzar la creación de film en el aparato, y es por tanto que tampoco se alcanzaba la suficiente cantidad de peso para los posteriores análisis.

Por tanto se varió el diseño experimental trabajando sólo con los otros dos productos (caseína y maltodextrina) de la siguiente manera:

Tabla 4: Rediseño de los materiales de pared. *de pared.*

Experimento	Maltodextrina	Caseína
M100	100%	0%
C100	0%	100%
M50-C50	50%	50%
M75-C25	75%	25%
M25-C75	25%	75%

2.2.3 Prueba con café soluble

La idea sería introducir en un alimento el β -glucano para conseguir un alimento funcional.

La elección del café soluble obedece principalmente a introducirlo en un alimento de consumo diario distinto a los que ofrece el mercado. De esta manera se conseguiría un alimento funcional para sustituir (o coadyuvar) otros productos actuales que sirven para ayudar a gente con problemas de colesterol como son las isoflavonas de sojas en lácteos (alternativa interesante a los intolerantes a la lactosa pese a que existen actualmente versiones sin lactosa), también facilita el tema de no tener que incluir nuevas rutinas a la dieta diaria.

Como se explica anteriormente el café soluble también presenta beneficiosos interesantes añadidos a los que ofrece el β -glucano. Como se pretende conseguir un producto con efectos cardioprotectores, se podría trabajar con el café descafeinado para evitar problemas en gente con hipertensión (carácter asociado a ciertas enfermedades del corazón).

La manera de introducir el β -glucano sería mezclar la cantidad adecuada de atomizado de mayor pureza posible con café soluble en la proporción adecuada. No obstante, como se explica anteriormente, se pueden investigar otra vía de adición, como podrían ser emplear el café como material de pared o coadyuvante del proceso para mejorar el rendimiento del atomizado.

Como se ha explicado anteriormente el café soluble se fabrica mediante atomización o liofilización. Probamos si podíamos utilizarlo como material de pared para mejorar el rendimiento del atomizado.

Partimos de 100 ml al 1,5% w/v de β -glucano al que añadimos 200 ml de café soluble de una marca de referencia.

El café soluble se preparó siguiendo las instrucciones del fabricante. Añadir dos cucharaditas (3,63 gramos aproximadamente) a 200 ml de agua.

Para esta prueba se seleccionó una temperatura de 120° C de entrada y un caudal de 0,2 l/h al ser estos parámetros los que proporcionaban mejores resultados, tras la evaluación con el atomizado del β -glucano aislado.

3. Resultados y discusión

3.1 Resultados de las condiciones de secado.

3.1.2 Rendimiento.

Tabla 5: Resultados de las pruebas con 0 minutos de sonicación.

Experimento	T^a inyector (° C)	Caudal (l/h)	Peso del polvo obtenido (g)	Rendimiento (%)
Experimento 1	140	0,20	0,06	5,4
Experimento 4	140	0,40	0,05	4,5
Experimento 7	140	0,60	0,04	3,6
Experimento 10	160	0,20	0,06	5,4
Experimento 13	160	0,40	0,07	6,3
Experimento 16	160	0,60	0,05	4,5
Experimento 19	180	0,20	0,04	3,6
Experimento 22	180	0,40	0,04	3,6
Experimento 25	180	0,60	0,07	6,3



Figura 4: Film formado en las paredes del ciclón del spray-dryer debido a un secado ineficaz, provoca una gran pérdida del rendimiento y en ocasiones obstrucciones.

Con tan pobres resultados (rendimientos inferiores al 6,5%), debido a que las condiciones de secado no eran las adecuadas y la muestra quedaba adherida casi en su totalidad en la pared del ciclón por la formación de un film, no se podía mirar ni la humedad ni la resuspensión por no disponer de la cantidad en peso de atomizado suficiente.

Para intentar mejorar los resultados se decidió tratar previamente la suspensión a secarse repitieron los experimentos en las mismas condiciones pero con una ligera variación en el Ultra Turrax, en la bibliografía aparecía una velocidad de 18.000 rpm durante 5 minutos y por los modos del modelo se eligió la más próxima por abajo que era 16.000 rpm para esta prueba sin embargo se utilizó la velocidad más próxima por arriba de 19.000 rpm.

Tabla 6: Resultados de la repetición de los experimentos con 0 minutos de sonicación.

Experimento	T^a inyector (°C)	Caudal (l/h)	Peso de atomizado (g)	Rendimiento (%)
Experimento 1 (r)	140	0,20	0,05	4,5
Experimento 4 (r)	140	0,40	0,1	9,0
Experimento 7 (r)	140	0,60	0,09	8,1
Experimento 10 (r)	160	0,20	0,09	8,1
Experimento 13 (r)	160	0,40	0,12	10, 8
Experimento 16 (r)	160	0,60	0,07	6,3
Experimento 19(r)	180	0,20	0,07	6,3
Experimento 22 (r)	180	0,40	0,13	11, 7
Experimento 25 (r)	180	0,60	0,09	8,1

Si bien con estas pruebas se apreció una ligera mejoría en el rendimiento se vio que era necesario cambiar de estrategia.

Con estas pruebas definitivamente se podía observar que la temperatura de 180 °C era excesiva y quemaba la muestra.

El caudal de 0,60 l/h también era excesivamente alto porque condensaba en el ciclo y acababa empapando la muestra cómo se puede observar en los surcos en espiral producidos por el agua en la fotografía de la figura 5.



Figura 5: ciclón de recogida de muestra con surcos de agua.

Cómo se apreciaban diferencias significativas entre unas pruebas y otras se seleccionó los caudales y tiempos que daban mejores resultados y se realizó una comparativa sin sonicación y con 30 minutos de sonicación para ver si la sonicación afectaba al rendimiento significativamente

Llamaremos a esto pruebas de ajuste y las nombraremos tal que así PA (Prueba de Ajuste) 1, PA 2, etc.

Tabla 7: Diseño experimental de pruebas de ajuste.

Experimento	T ^a inyector (°C)	Caudal (l/h)	Tiempo sonicación (minutos)	Atomizado obtenido (g)	Rendimiento (%)
PA1	140	0,20	0	0,15	13,51
PA2	160	0,20	0	0,16	14,41
PA3	140	0,40	0	0,18	16,21
PA4	160	0,40	0	0,18	16,21
PA5	140	0,20	30	0,03	2,7
PA6	160	0,20	30	0,04	3,6
PA7	140	0,40	30	0,05	4,5
PA8	160	0,40	30	0,04	3,6

Pese a lo que aparecía en los artículos, a partir de la prueba PA5 (140 °C, 0,20 l/h de caudal con 30 minutos de sonicación) comenzó a haber problemas y la muestra no se secaba correctamente. Con lo que el rendimiento con sonicación fue de nuevo muy bajo.

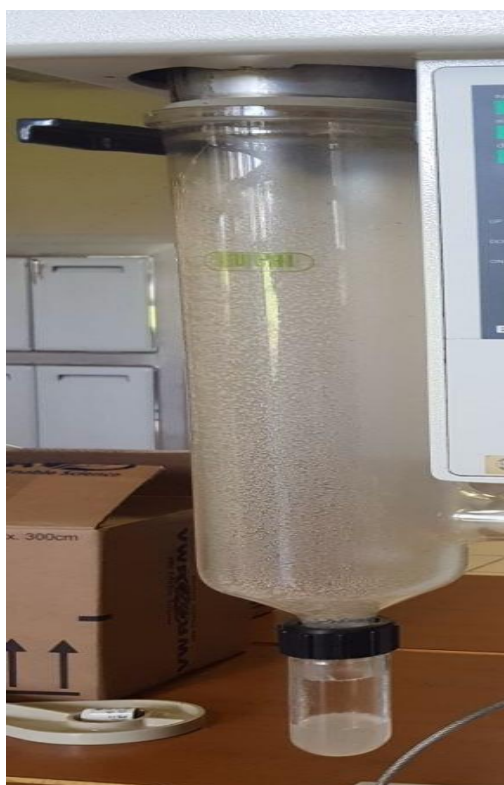


Figura 6: Spray-Dryer con líquido debido a un incorrecto secado.

Se comprobó experimentalmente de esta manera que la sonicación apenas afectaba al rendimiento en el secado, podría deberse al funcionamiento del aparato pero también a que la sonicación durante media hora (pese al hielo que aparecía completamente fundido al final del proceso) calentara en exceso la muestra y degradara el β -glucano haciéndolo más fluido. Si bien durante la descongelación la muestra también se calienta no lo hace tan intensamente y durante la atomización donde las temperaturas si son más elevadas el tiempo es tan breve que no afecta a la muestra.

A pesar de todo, con la selección de temperaturas y caudales adecuadas si se apreció mejoría.



Figura 7: Polvo extraído de las pruebas en tubos Falcon.

No obstante como el polvo extraído en todas estas pruebas fue insuficiente no se pudo evaluar la estabilidad de la emulsión post-atomizado. A la vista de los resultados y del poco rendimiento de la maquinaria era necesario realizar un cambio de planteamiento que debía pasar por modificar la muestra a atomizar. La solución sería añadir material de pared y realizar una microencapsulación. Si bien pudiera pensarse que otra solución sería (a la vista de los rendimientos o más bien de las pérdidas) aumentar la concentración en % de w/v de la muestra atomizar, además de en los artículos desaconsejarlo, experimentalmente se apreciaba que la muestra ya de por si era densa y dificultosa de trabajar y aumentar la concentración probablemente aumentaría la probabilidad de obturar la máquina. Trabajar con mayor volumen pero la misma concentración sería otra solución pero dado el tiempo que conlleva a cabo la atomización sin contar el tiempo de montaje, mantenimiento y limpieza de la maquinaria no habría tiempo para realizar todos los ensayos además de que obligaría a mezclar lotes de β -glucano. Los resultados obtenidos durante la evaluación de las temperaturas y los caudales no nos acotaban a temperaturas y caudales relativamente bajos para evitar inconvenientes mayores.

3.2 Resultado de los materiales de pared

3.2.1 Rendimiento

Tabla 8: Resultados del diseño inicial con los distintos materiales de pared.

Experimento	Atomizado obtenido (g)	Rendimiento (%)
GM100	0,23	5,11
M100	1,36	30,89
C100	1,83	40,66

Las primeras pruebas se realizaron evaluando individualmente cada material de pared con la solución de β -glucano para comprobar su comportamiento.

Tras esta primera prueba se pudo observar que el material de pared goma mezquite no era adecuado para el producto y se reformuló el diseño experimental para trabajar con los otros dos materiales. Los resultados figuran a continuación.

Tabla 9: Resultados de las pruebas de microencapsulación.

Experimento	Gramos obtenidos	Rendimiento (%)	% de humedad	Higroscopicidad (%)	Grado de apelmazamiento (%)
M100	1,36	30,89	11,221	13	51,22
C100	1,83	40,66	5,399	14	28,07
M50-C50	1,78	39,55	9,533	11	31,53
M75-C25	1,65	36,67	10,617	17	35,90
M25-C75	1,98	44,00	9,937	12	29,46

Esta vez tanto para la medición de la humedad como para la resuspensión y el resto de pruebas complementarias había material suficiente, para la medición de la humedad se empleaba 0,5 gramos (que se reutilizaban) y para la resuspensión 0,3 gramos. Tanto para la higroscopicidad como para el grado de apelmazamiento se emplea 1 gramo.

Tras la resuspensión se guarda la muestra en un tubo Falcon sellado y nevera a 4 °C.

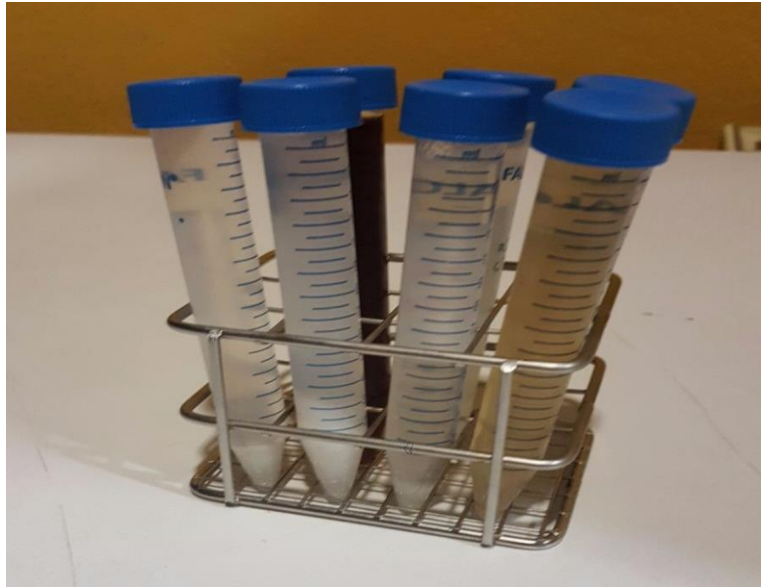


Figura 8: Tubos Falcon con resuspensión.

A rasgos generales podemos observar que el mejor rendimiento se obtiene con la mezcla de 25% maltodextrina, 75% de caseína, prueba que aunque es la que posee una humedad más alta que las demás y una higroscopicidad media tiene el menor grado de apelmazamiento. En general las pruebas que contienen caseína son con las que mejores resultados se obtiene.

3.2.2 Pruebas de estabilidad de la emulsión

Como hemos mencionado anteriormente el carácter de la muestra (independientemente de su procesamiento, atomizado o no o acompañamiento con otras sustancias) presenta una sedimentación claramente visible a la media hora.



Figura 9: Comparativa visual de la sedimentación de la solución en 30 minutos.

En general todas las pruebas post atomizado presentaron una fuerte coalescencia-floculación y tampoco presentaban mejoría en cuanto al índice de desestabilización global (es más en alguno de los casos empeoraba).



Figura 10: Floculación en las pruebas posteriores a la atomización en las soluciones con material de pared.

Es necesario recalcar que la máquina spray-dryer ya se encontraba entonces en mal estado, la aguja de atomización se encontraba desviada, cosa que producía tres fenómenos (el primero que impulsaba la atomización a la pared donde o no se sacaba bien o se quemaba, el segundo que se obstruía a cada poco y el tercero que obligaba a trabajar a caudales bajísimos y la muestra se debía trabajar durante mucho tiempo con lo que se facilitaba la creación de agregados).



Figura 11: Obstrucción en la aguja.

3.3 Resultado del atomizado de café soluble con β -glucano.

3.3.1 Rendimiento

Tabla 10: Resultados del rendimiento de la prueba de la solución de B-glucano con café soluble.

Experimento	Gramos obtenidos	Rendimiento (%)	% de humedad	Higroscopicidad (%)	Grado de apelmazamiento (%)
Experimento betacafé	2,08	40,55	6,849	0,12	90,00

El rendimiento obtenido al mezclar la solución de β -glucano con el café soluble realmente fue parecido al de los materiales encapsulantes, así que podría ser una buena solución trabajar ambas materias juntas con el consecuente ahorro energético que ello conllevaría.

En esta prueba también se estudiaron por tanto las pruebas complementarias.

La humedad, la higroscopicidad son bajos, no obstante el grado de apelmazamiento es muy alto, era de esperar puesto que el café soluble de partida presentaba un granulo muy gordo y también mucha compactación, existen distintos tipos de café en el mercado con partículas de

distintos tamaños con lo que esta variable podría ser fácilmente corregible escogiendo otro soluble.

3.3.2 Pruebas de estabilidad de la emulsión.

La prueba de mezclar el café con la solución de β -glucano trajo resultados distintos a lo visto anteriormente.

Para empezar tras los 30 minutos no presentó sedimentación visual en dos fases ni antes ni después de atomizar (podría ser debido sin embargo a que el café da una coloración muy opaca e impide al lector óptico hacer el análisis correctamente).

De entre todas las pruebas realizadas la del café sin atomizar (simplemente procesado con el Ultra Turrax) fue la que más estabilidad en el tiempo presentó. Sí que precipitaba en el tiempo pero de manera más lenta que las demás.



Figura 12: Cinética global de la desestabilización del café con B-glucano previo a su atomización.

No obstante tras la atomización (se extrajo atomizado suficiente como para hacer la prueba) la estabilidad empeoró. Se puede apreciar una caída muy rápida de estabilidad (una sedimentación acusada) en los 5 primeros minutos para luego estabilizarse, no obstante el valor de la cinética de desestabilización es mucho mayor en este segundo caso.

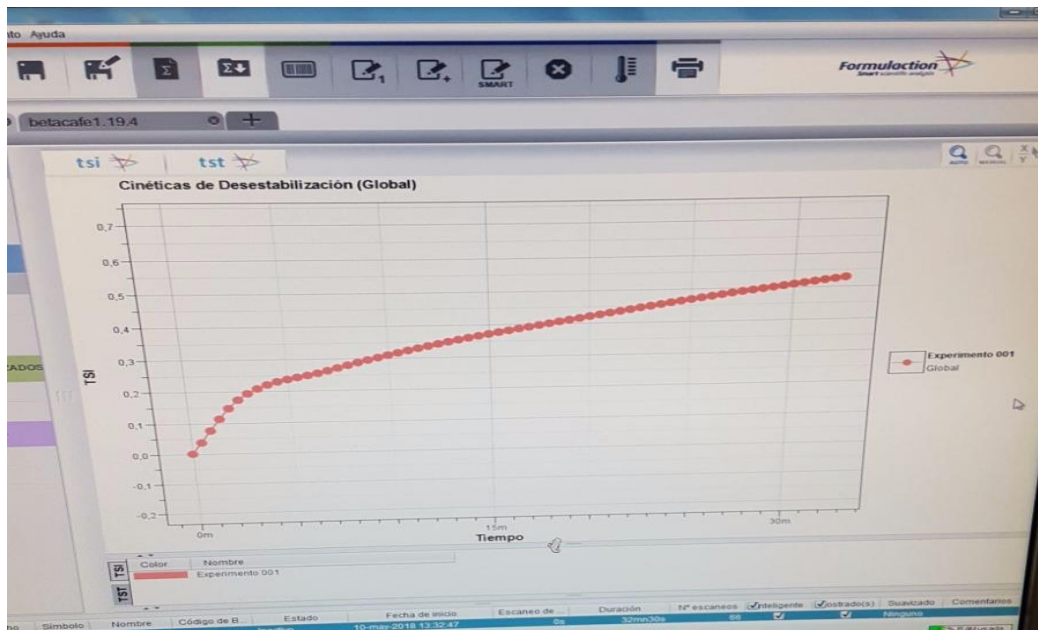


Figura 13: Cinética global de la desestabilización del café con B-glucano tras su atomización.

Era previsible, de alguna forma al resuspender la muestra se crearon agregados que propiciaban la clarificación de la muestra, al mezclarse por primera vez estos agregados no se crearon, es más el café se solubilizo muy bien.



Figura 14: Agregados de café soluble con B-glucano tras la resuspensión de la muestra.

Figura 14: Agregados de café soluble con β -glucano tras la resuspensión de la muestra.

El único problema que existió al homogeneizar los productos en el Ultra Turrax fue una emulsión excesiva, que podría explicar la agregación si originó rotura de proteínas por ejemplo. Se bajaron las revoluciones al nivel más bajo no obstante porque la muestra era muy fluida.



Figura 15: Espuma originada por la emulsión del café con el B-glucano tras su paso por el Ultra Turrax.

También es posible que la muestra se quemara, por ese entonces el equipo de atomizado presentaba ya varios problemas y las pruebas no resultan todo lo exactas posibles.

4. Conclusiones.

Como conclusiones podemos extraer tres principalmente

Tras las primeras pruebas encontramos que la mejor temperatura para esta sustancia es baja rondando a los 120 °C y el caudal más bajo 0,2 l/h también resulta el más adecuado en cuanto al rendimiento de la atomización se refiere. No obstante no parece factible trabajar con el β -glucano sólo en estas condiciones, porque forma la mayoría de las veces un film que imposibilita el proceso.

También extraemos que la sonicación (frente a lo esperado, o encontrado en la bibliografía) tampoco mejora la situación, es más, experimentalmente esta vez se ha encontrado que por algún motivo la desestabilización ocurría antes.

En cuanto a los materiales de pared los mejores combinaciones son aquellas que poseen caseína cuyo rendimiento es más alto y la higroscopicidad y el grado de compactación más bajo

Por último, el secado con café el rendimiento es comparable al obtenido con los materiales de pared si bien la higroscopicidad y el grado de apelmazamiento son peores.

Alternativas futuras

Sabemos gracias a la revisión bibliográfica que las soluciones de β -glucano de cereales presentaban diferencias en la morfología de la superficie dependiendo tanto del proceso de secado (spray o liofilización) y el nivel de fibra dietética (Chronakis et al., 2004)

Quizá la solución pase por hacer una liofilización a concentraciones bajas. Para el secado del café soluble también se suele emplear la liofilización pues da un producto de mayor calidad.

Por otra parte, tanto en las pruebas en la estufa como durante el proceso de secado con spray dryer se observó que el β -glucano creaba unos films de apariencia plástica, transparentes, muy resistentes y solubles en agua. Una posible solución futura sería crear (en las condiciones de temperatura y tiempo adecuadas) un film de β -glucano con la concentración deseada que contuviera al café soluble y se disolviera. Se debería guardar en un envase primario (como podría ser una caja de cartón parecida a las del té) que lo protegiera de la humedad, de esta manera se conseguirían dos objetivos. Reducción de envases (un objetivo muy importante a tener en cuenta) y asegurarnos del consumo de β -glucano en la cantidad adecuada. Esto abriría el campo a nuevas investigaciones y posibles trabajos fin de grado.



Figura 16: Film de B-glucano obtenido con 10 ml de solución al 1,5 % w/v en la estufa a 46 ° C durante 24 h.

Por último se tiene que tener en consideración lo siguiente:

Las capacidades bioactivas de la avena y la cebada y sus productos, han sido principalmente determinados por métodos de ensayo in vitro. Esto implica la necesidad de más estudios in vivo, y la determinación de la biodisponibilidad de estos antioxidantes a base de cereales en el cuerpo. En paralelo a esto, se necesita más información sobre los complejos mecanismos implicados en la capacidad protectora de estos cereales. Esto ayudará a preparar argumentos sólidos y convincentes para un mayor consumo de avena y cebada por las personas y para proporcionar mejor información sobre sus beneficios para la salud y desarrollar nuevos reclamos de salud en el futuro. Por lo tanto, la avena y la cebada son fuentes de una serie de

componentes bioactivos protectores. Algunos componentes en el grano entero de estos cereales, como salvado o germen puede ser más importante en esta protección y debe conservarse en el procesamiento de alimentos. La investigación y el desarrollo son necesarios para determinar eficiencia y formas rentables de fraccionar avena y cebada, para capturar estos componentes en fracciones que pueden ser incorporados en los sistemas alimentarios. Se necesita trabajo adicional para confirmar los beneficios para la salud de los granos integrales, desarrollar técnicas de procesamiento que mejorarán la palatabilidad de los productos integrales y educarán consumidores sobre sus beneficios.(Gangopadhyay et al., 2015)

5. Bibliografía

- Baik, B.K., y Ullrich, S.E. (2008). Barley for food: Characteristics, improvement, and renewed interest. *Journal of Cereal Science*, 48(2), 233–242. Doi:
<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2008.02.002>
- Chronakis, I. S., Öste-Triantafyllou, A. y Öste, R. (2004). Solid-state characteristics and redispersible properties of powders formed by spray-drying and freeze-drying cereal dispersions of varying (1 → 3, 1 → 4)-β-glucan content. *Journal of Cereal Science*. (40). 183-189. Doi:
<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2004.03.004>
- Cortés-Rojas, D. F., Souza, C.R.F., y Oliveira, W.P (2014). Encapsulation of eugenol rich clove extract in solid lipid carriers. *Journal of Food Engineering*, 127, 34-42.
Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.11.027>
- Davidov-Pardo, G., Arozarena, I. y Marín-Arroyo, M.R. (2013). Optimization of a Wall Material Formulation to Microencapsulate a Grape Seed Extract Using a Mixture Design of Experiments. *Food and Bioprocess Technology* , (6), 941-951. Doi: 10.1007/s11947-012-0848-z
- El secado por aspersión: funcionamiento (2018). En *Quminet*.
Recuperado de:
<https://www.quiminet.com/articulos/el-secado-por-aspersion-funcionamiento-y-ventajas-2636278.htm>
- Europa. Comisión Europea. (2012). *REGLAMENTO (UE) N° 1048/2012 DE LA COMISIÓN de 8 de noviembre de 2012 sobre la autorización de una declaración de propiedades saludables en los alimentos relativa a la reducción del riesgo de enfermedad*. Bruselas: Diario Oficial de la Unión Europea.

Recuperado de

<https://eur-lex.europa.eu/legal-content/ES/ALL/?uri=CELEX%3A32012R1048>

- Gangopadhyay, N., Hossain, M. B., Rai, D. K., & Brunton, N. P. (2015) A review of extraction and analysis of bioactives in oat and barley and scope for use of novel food processing technologies. *Molecules*, 20(6), 10884–10909. Doi:
<https://doi.org/10.3390/molecules200610884>
- Gaonkar, A., Vasisht, N., Khare, A. y Sobel, R. (2014). *Microencapsulation in the Food Industry. A Practical Implementation Guide*. Academic Press. Elsevier.
- Grimm, A., Kruger, E. y Burchard, W. (1995). Solution properties of beta-D-(1,3)(1,4)-glucan isolated from beer. *Carbohydrate Polymers* (3), 205-214. Doi:
[https://doi.org/10.1016/0144-8617\(95\)00056-D](https://doi.org/10.1016/0144-8617(95)00056-D)
- Hielscher Ultrasound Technology. (2009). Ultrasonic Laboratory Devices. Hielscher-Brochure Lab
- Limberger-Bayer, V. M., De Francisco, A., Chan, A., Oro, T., Ogliari, P. J., & Barreto, P. L. M. (2014). Barley β -glucans extraction and partial characterization. *Food Chemistry*, 154, 84–89. Doi:
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.12.104>
- Martínez-López, S. (2014). Cacao y café, alimentos ricos en fitoquímicos con propiedades beneficiosas en salud: estudios de biodisponibilidad de metilxantinas y efectos en salud en voluntarios sanos y con riesgo cardiovascular. *Complutense University of Madrid (UCM): E-Prints Complutense*.

Recuperado de

<http://eprints.ucm.es/28783/1/T35852.pdf>

- Tewa-Tagne, P., Briançon, S. y Fessi, H. (2007). Preparation of redispersible dry nanocapsules by means of spray-drying: Development and characterisation. *European Journal of Pharmaceutical Sciences* (30), 124-135. Doi:
<https://doi.org/10.1016/j.ejps.2006.10.006>

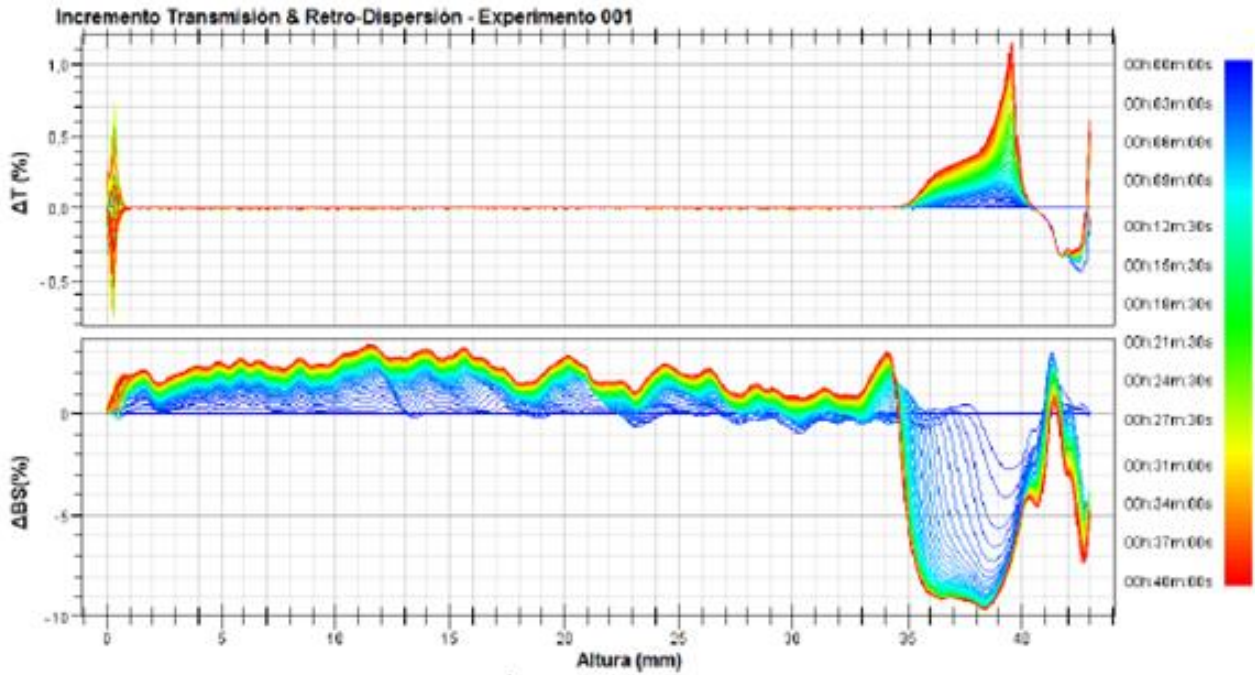
- Thondre, P.S., Ruyan, L. y Henry, C. J. K. (2011). Barley beta-glucan extracts as rich sources of polyphenols and antioxidants. *Food chemistry*. (126), 72-77. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.10.074>
- Papageorgiou, M., Lakhdara, N., Lazaridou, A., Biliaderis, C. G., & Izydorczyk, M. S. (2005). Water extractable (1 → 3,1 → 4)-β-D-glucans from barley and oats: An intervarietal study on their structural features and rheological behaviour. *Journal of Cereal Science*, 42(2), 213–224. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2005.03.002>
- Pizarro, C. S., Ronco, M. A.M. y Gotteland, R. M. (2014). β-glucanos: ¿qué tipos existen y cuáles son sus beneficios en la salud?. *Revista chilena de nutrición*, (41), 439-446. Recuperado de <https://scielo.conicyt.cl/pdf/rchnut/v41n4/art14.pdf>
- Producción de café soluble (2018). En *Nescafé*. Recuperado de <https://es.nescafeusa.com/coffee-culture/caf%C3%A9-soluble>
- Repin, N., Scanlon, M. G., & Gary Fulcher, R. (2012). Phase behaviour of casein micelles and barley beta-glucan polymer molecules in dietary fibre-enriched dairy systems. *Journal of Colloid and Interface Science*, 377(1), 7–12. Doi: <https://doi.org/10.1016/J.JCIS.2012.02.021>
- Zechner-Krpan, V., Petravic-Tominac, V., Galovic, P., Galovic, V., Filipovic-grcic J. y Srecec, S. (2010). Application of Different Drying Methods on β-Glucan Isolated from Spent Brewer's Yeast Using Alkaline Procedure. *Agriculturae Conspectus Scientificus*, (75), 45-50
Recuperado de <http://acs.agr.hr/acs/index.php/acs/article/view/501>
- Zechner-Krpan, V., Petravic-Tominac, V., Gospodaric, I., Sajli, L., Dakovic, S., y Filipovic-Gric, J. (2010). Characterization of β-Glucans Isolated from Brewer's Yeast and Dried by Different Methods. *Food Technology and Biotechnology*, (48) 189-197.
Recuperado de http://www.ftb.com.hr/images/pdfarticles/2010/April-June/48_189.pdf

- Zhu, F., Du, B. y Xu, B. (2016). A critical review on production and industrial applications of beta-glucans. *Food Hycrocolloids*, (52), 275-288. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.07.003>

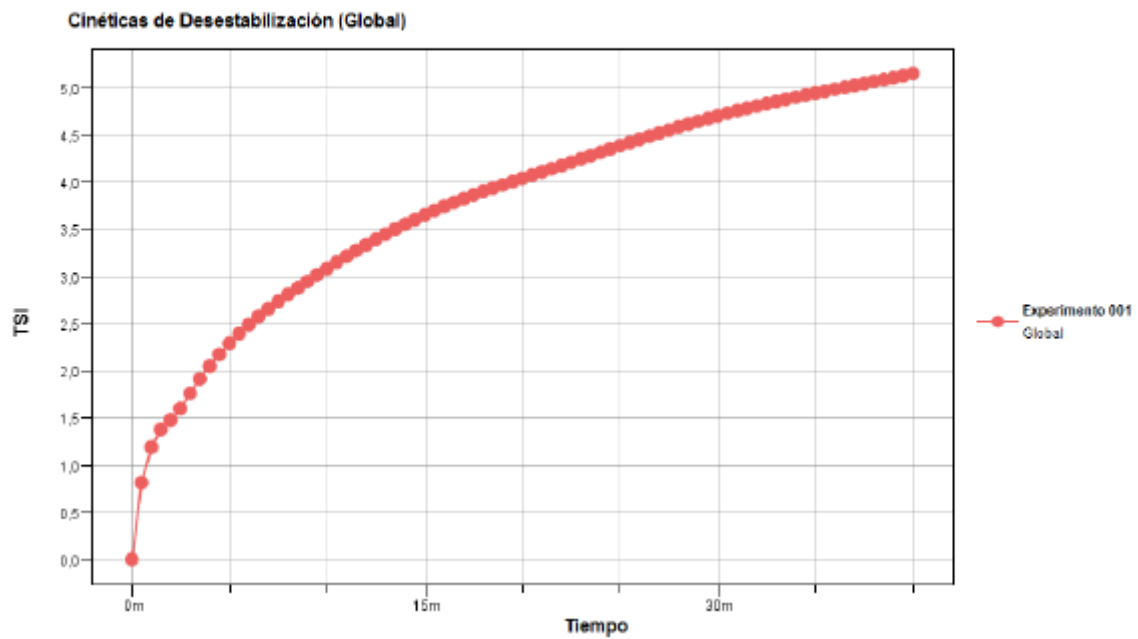
Anexos

Informes del Turbiscan ®.

Experimento C100

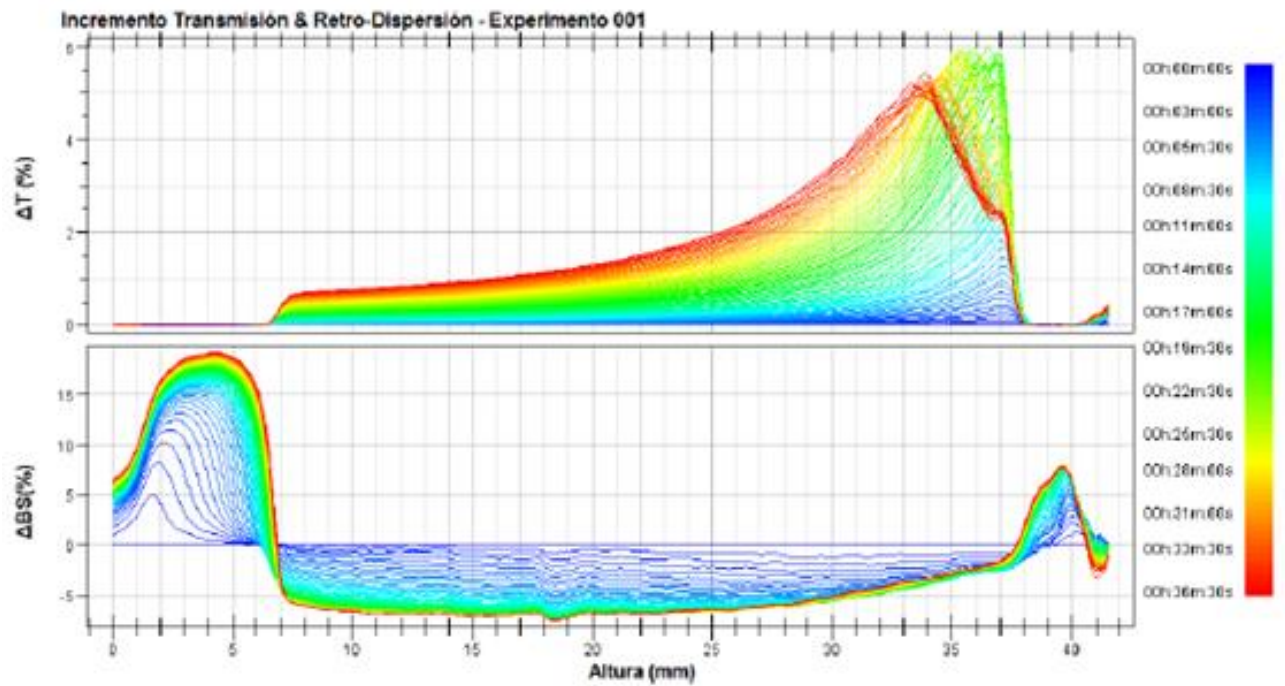


Desestabilización - TSI (global)

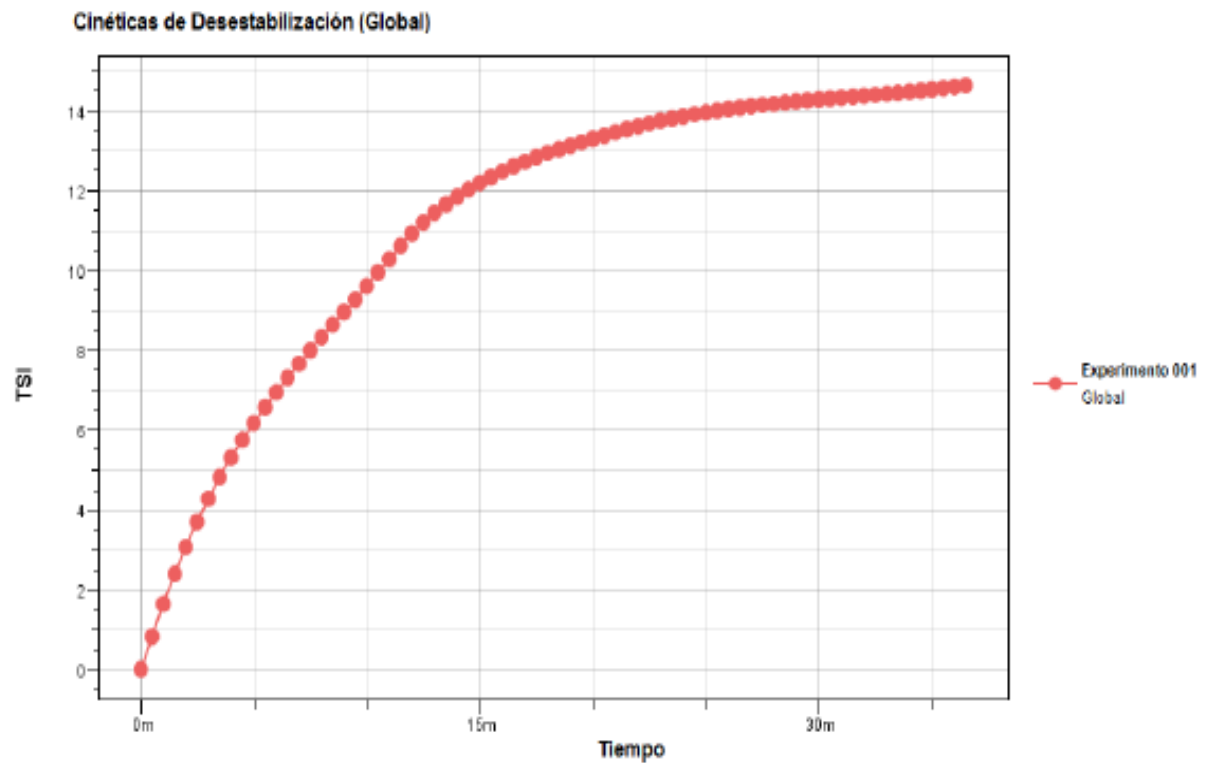


Experimento C100 resuspendido

Datos Brutos - Incremento T & BS

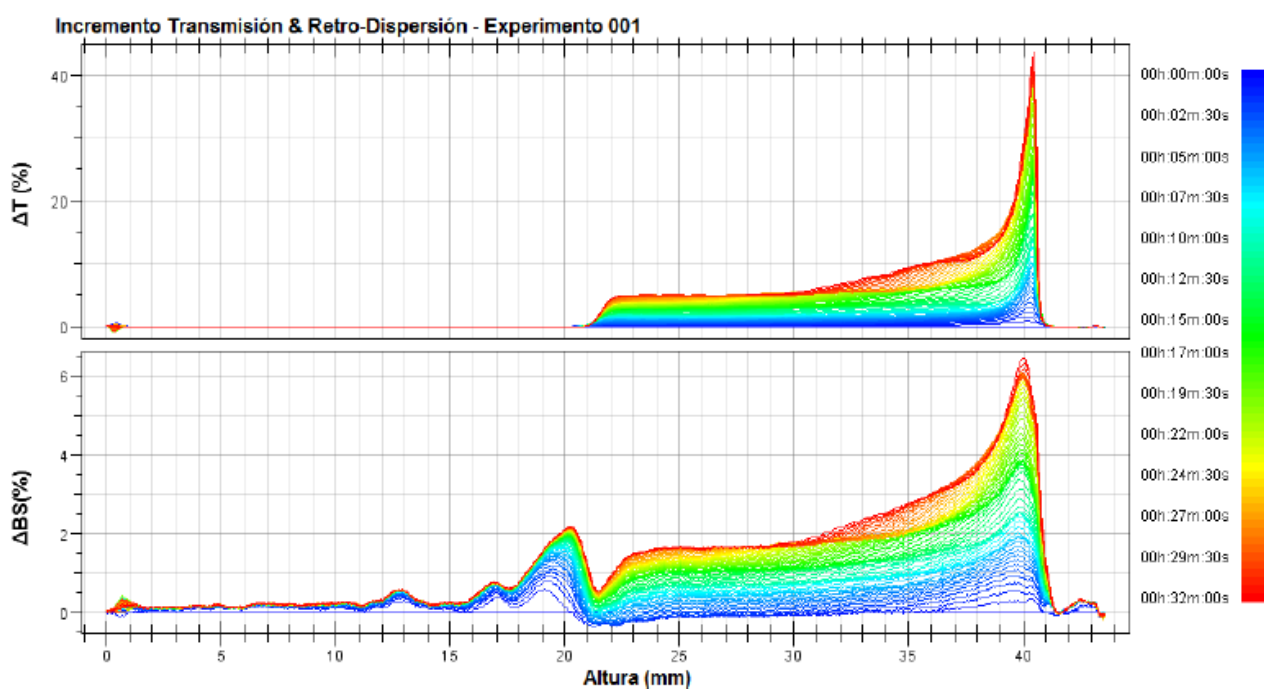


Desestabilización - TSI (global)

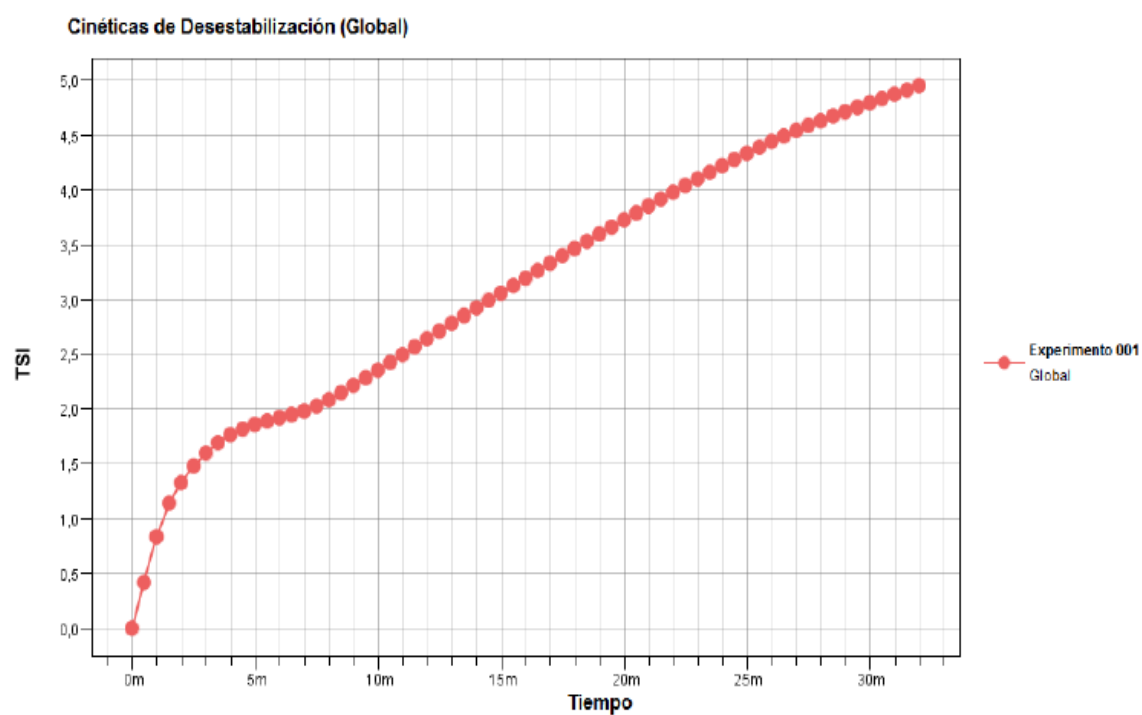


Experimento M100

Datos Brutos - Incremento T & BS

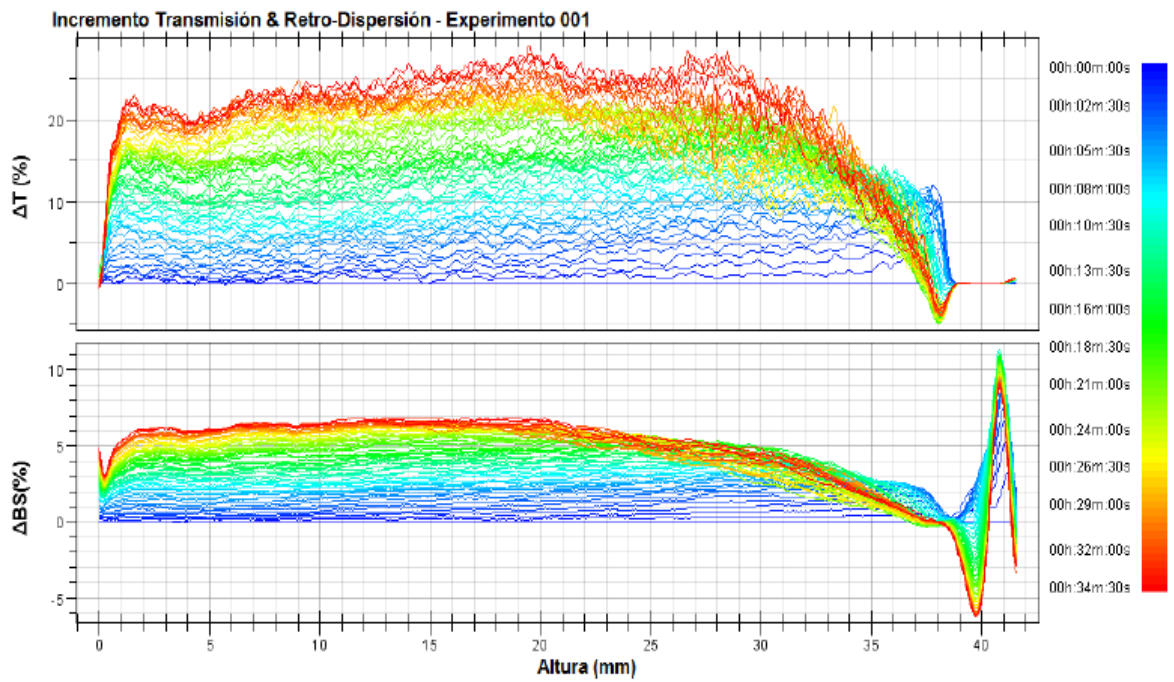


Desestabilización - TSI (global)

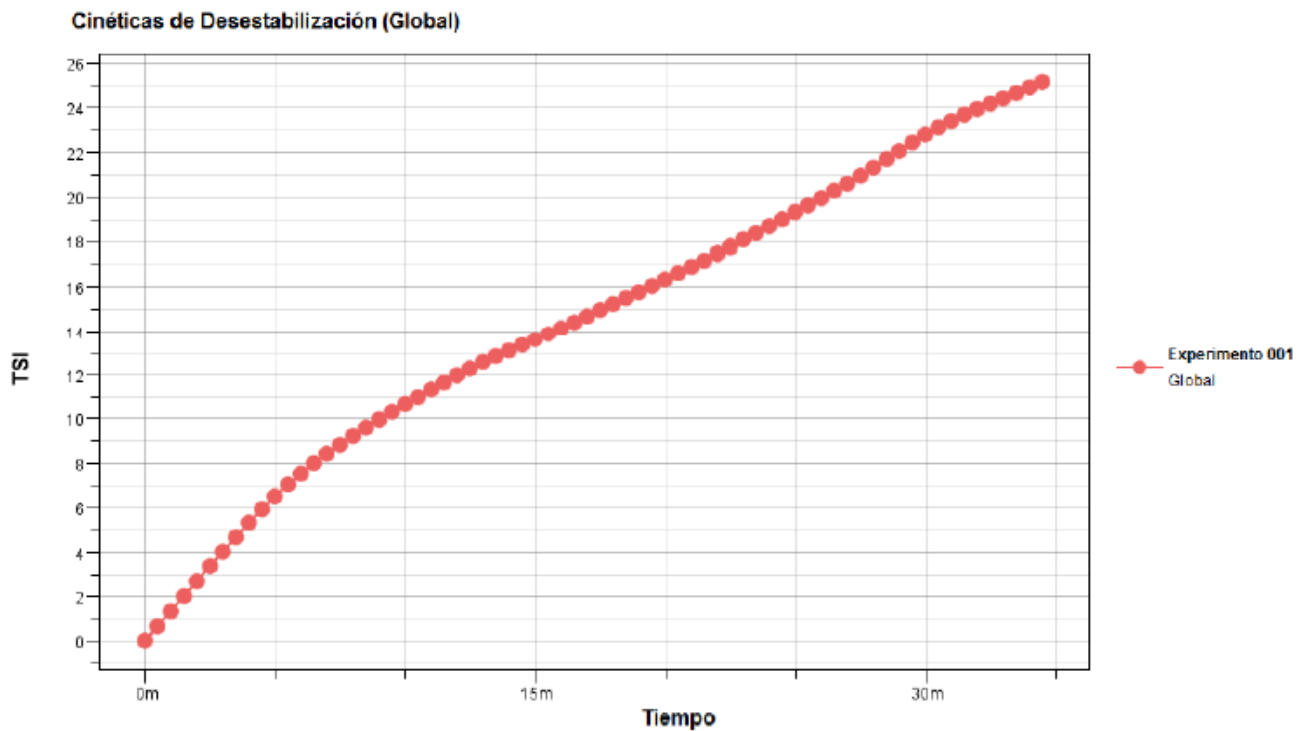


Experimento M100 resuspendido

Datos Brutos - Incremento T & BS

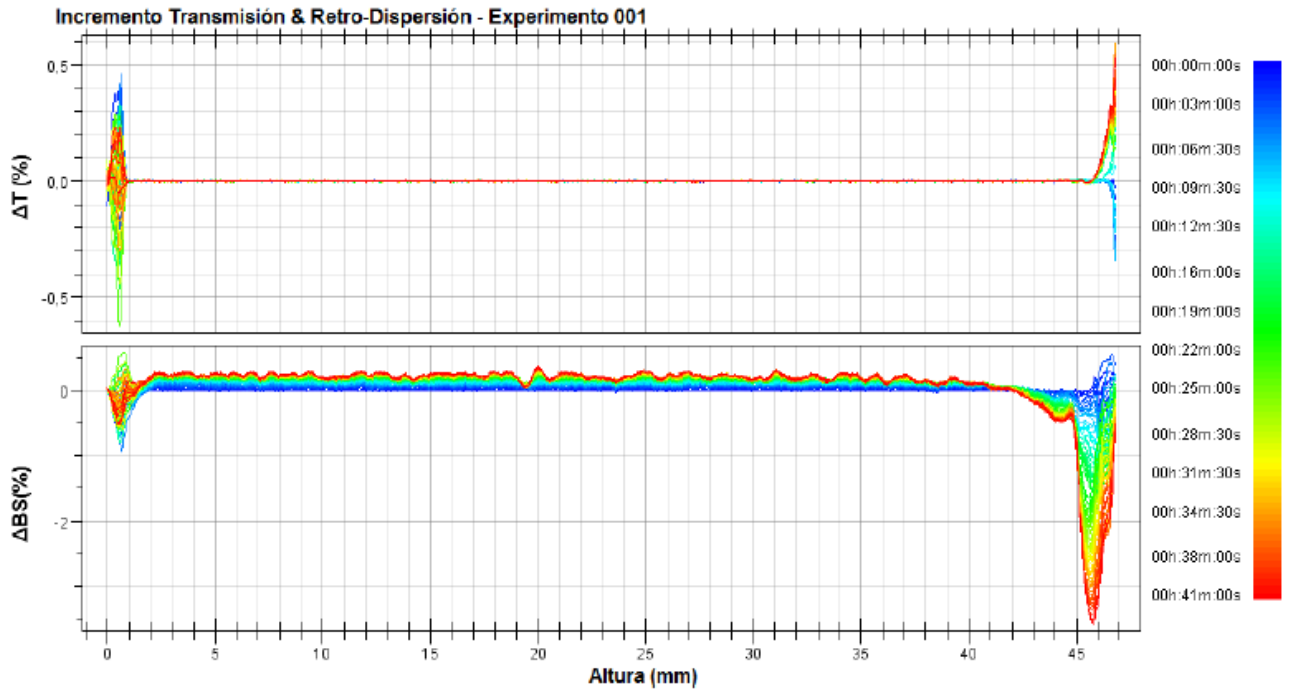


Desestabilización - TSI (global)

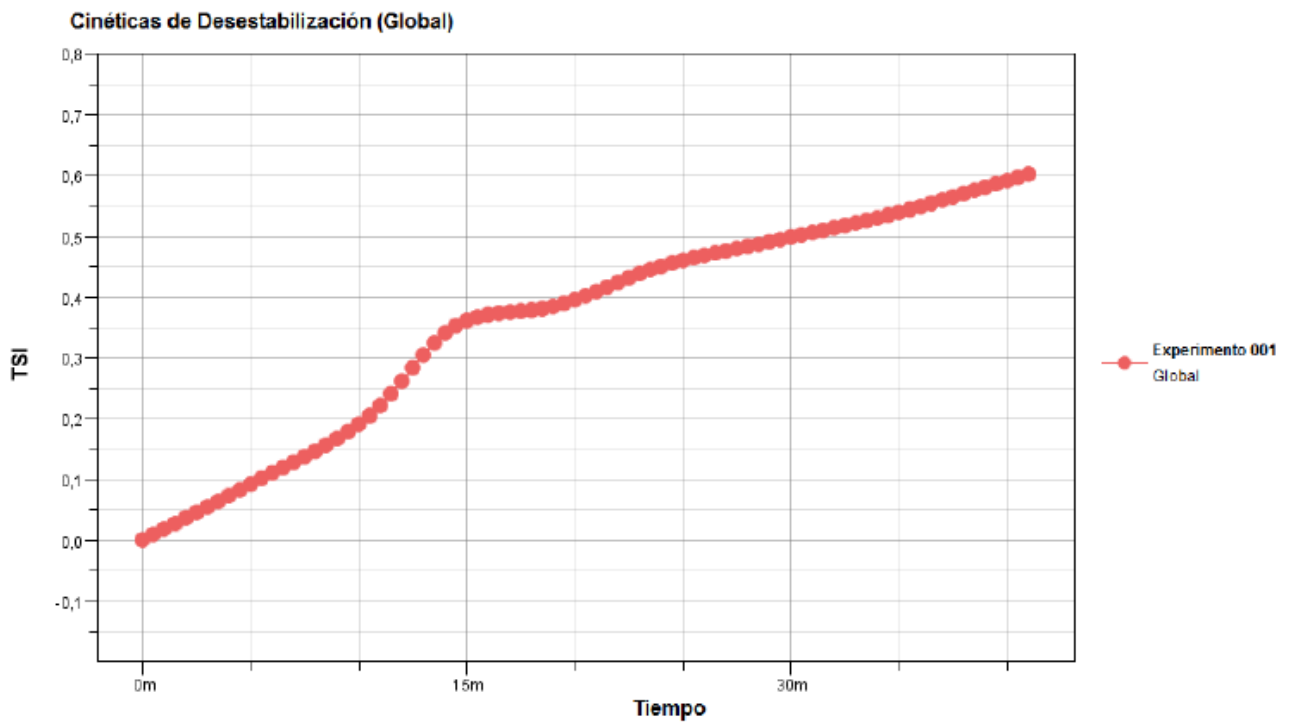


Experimento M50-C50

Datos Brutos - Incremento T & BS

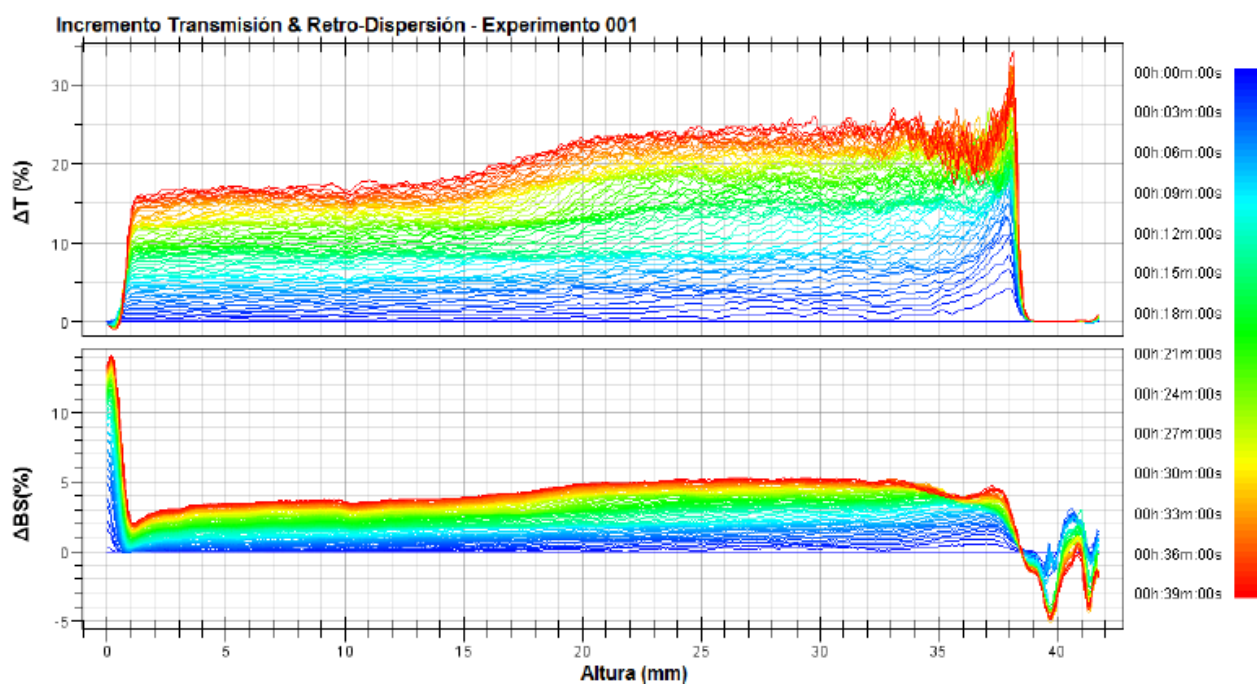


Desestabilización - TSI (global)

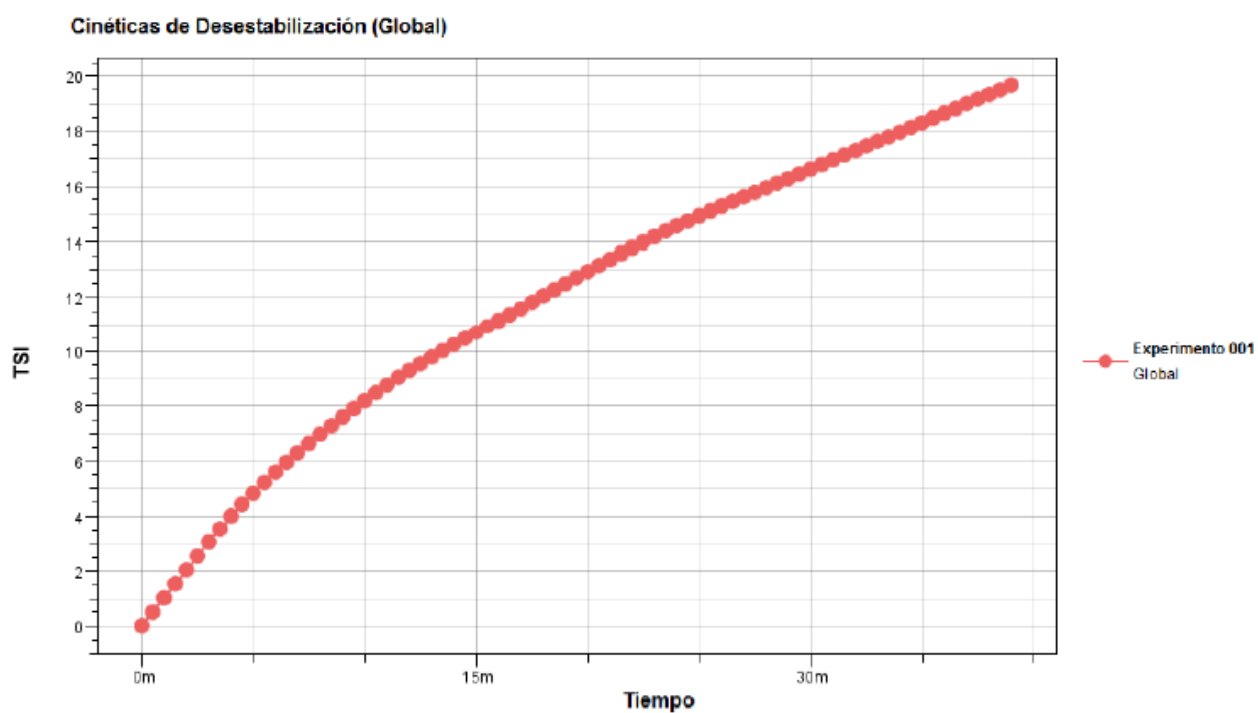


Experimento M50-C50 resuspendido

Datos Brutos - Incremento T & BS

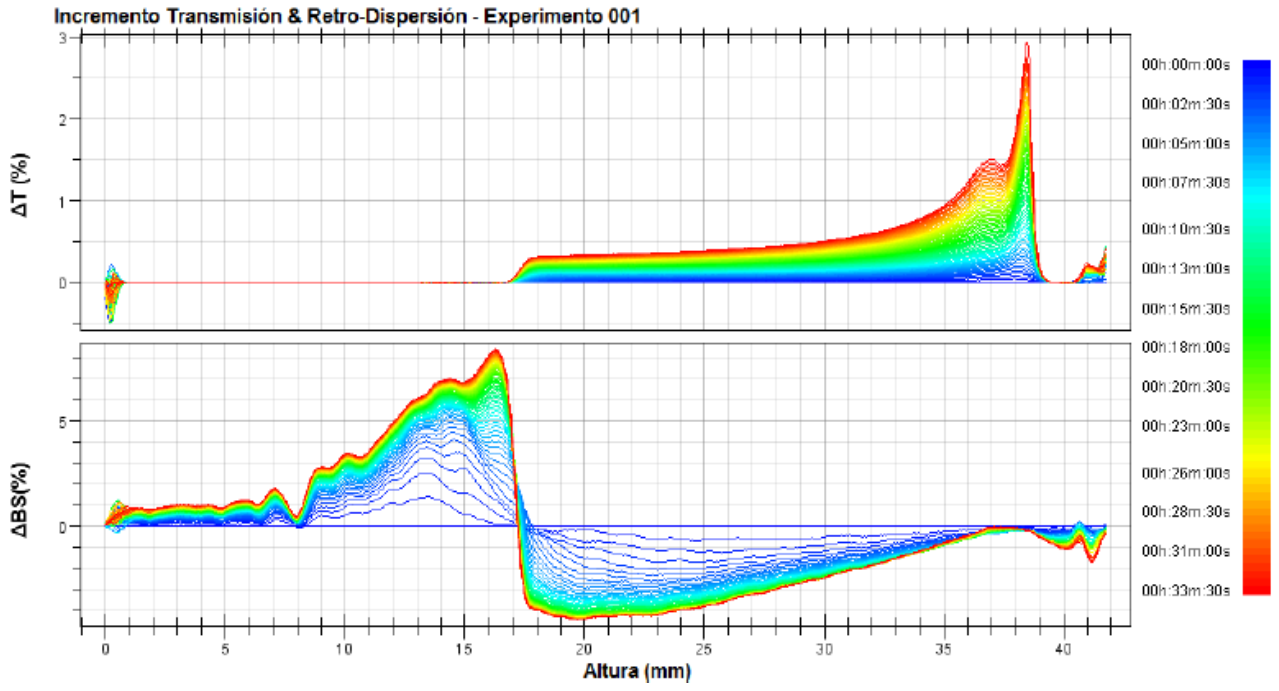


Desestabilización - TSI (global)

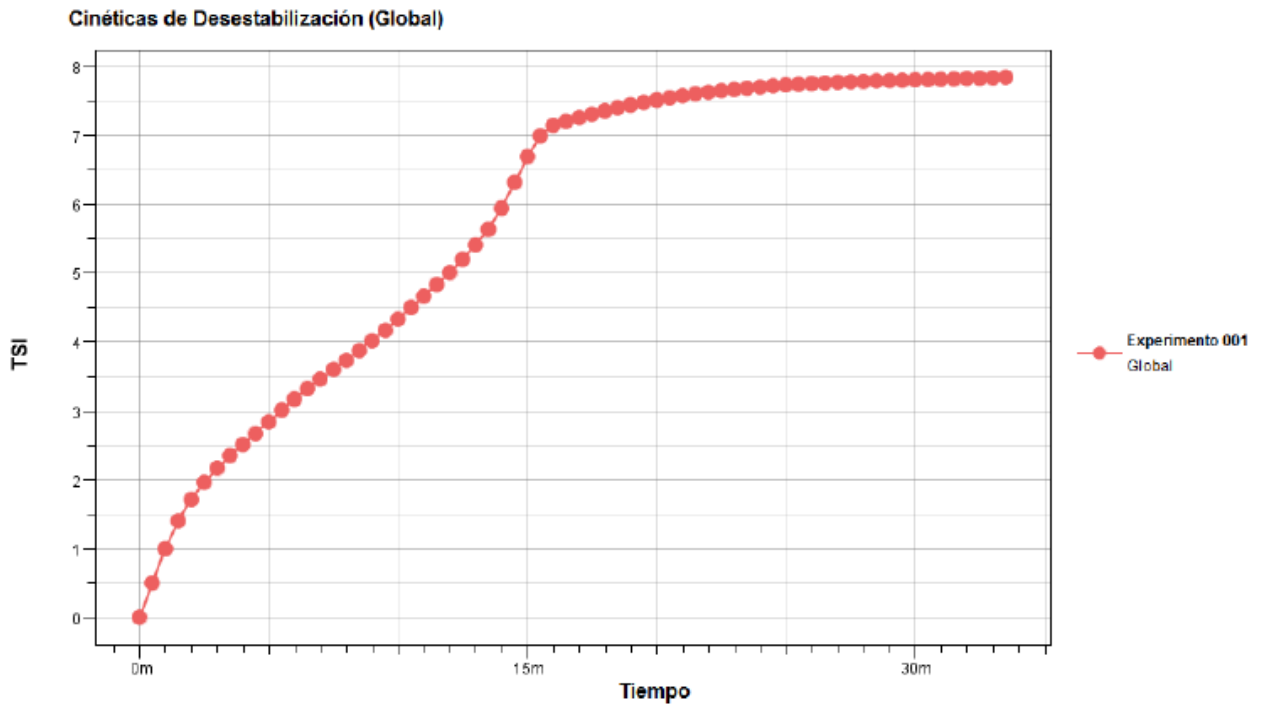


Experimento M75-C25

Datos Brutos - Incremento T & BS

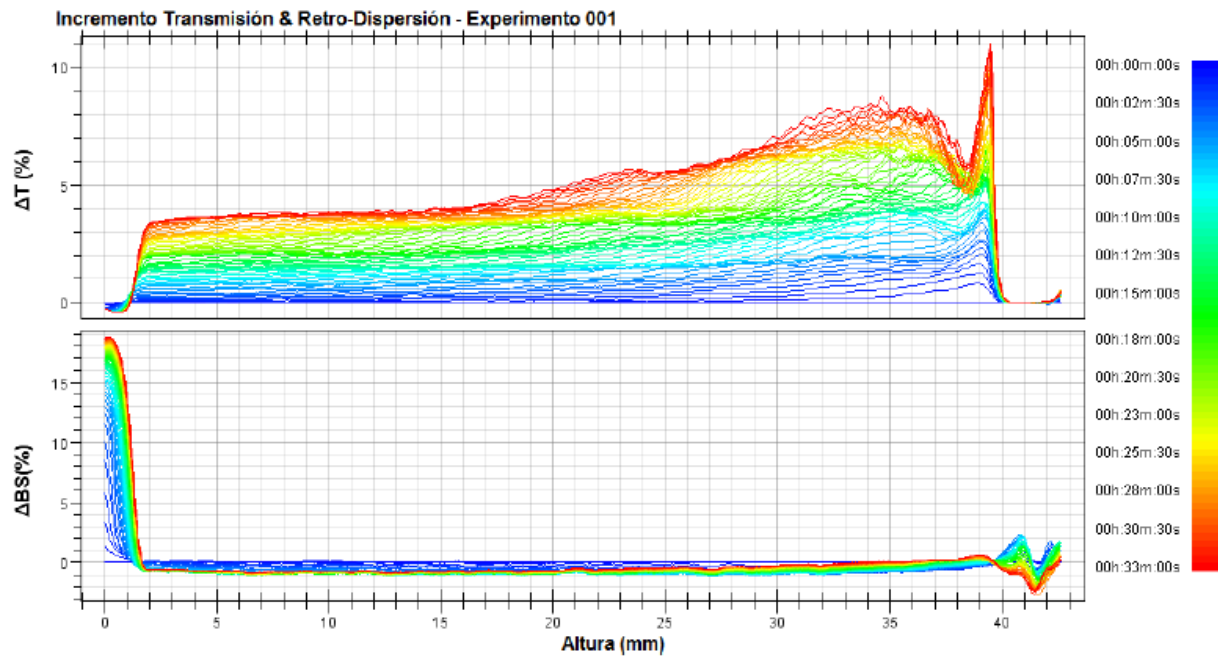


Desestabilización - TSI (global)

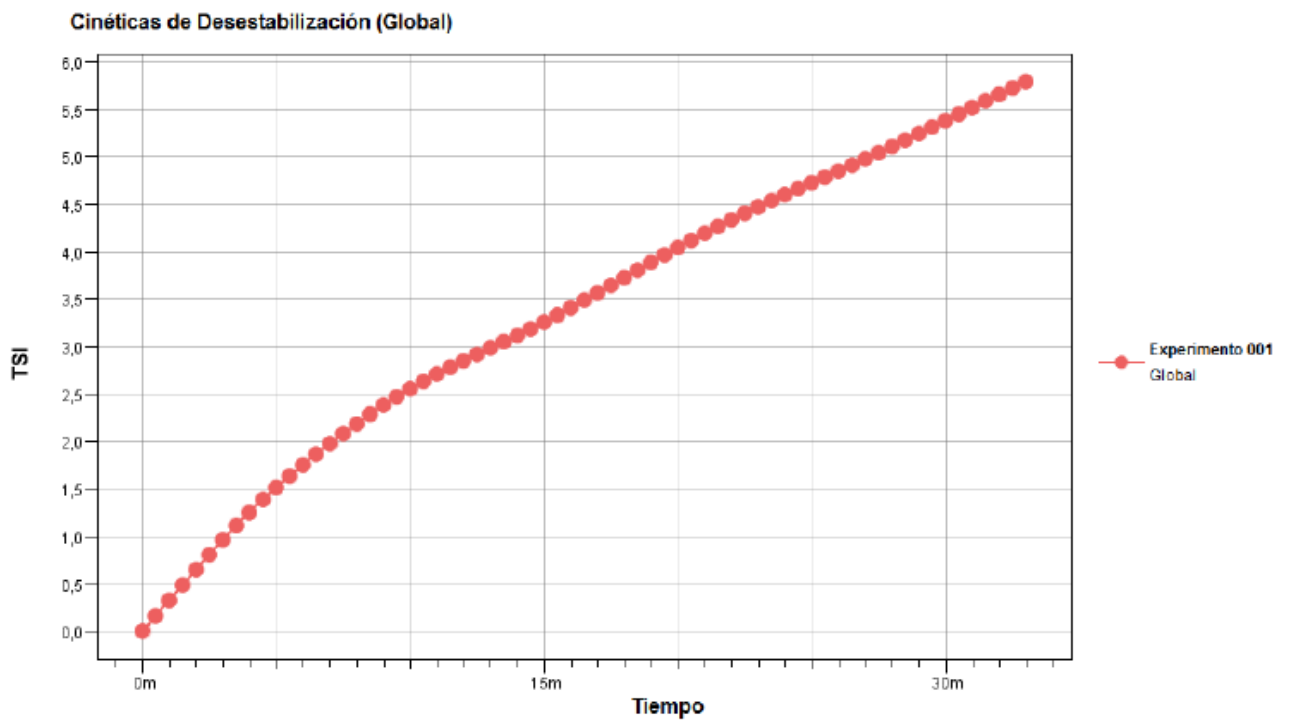


Experimento M75-C25 resuspendido

Datos Brutos - Incremento T & BS

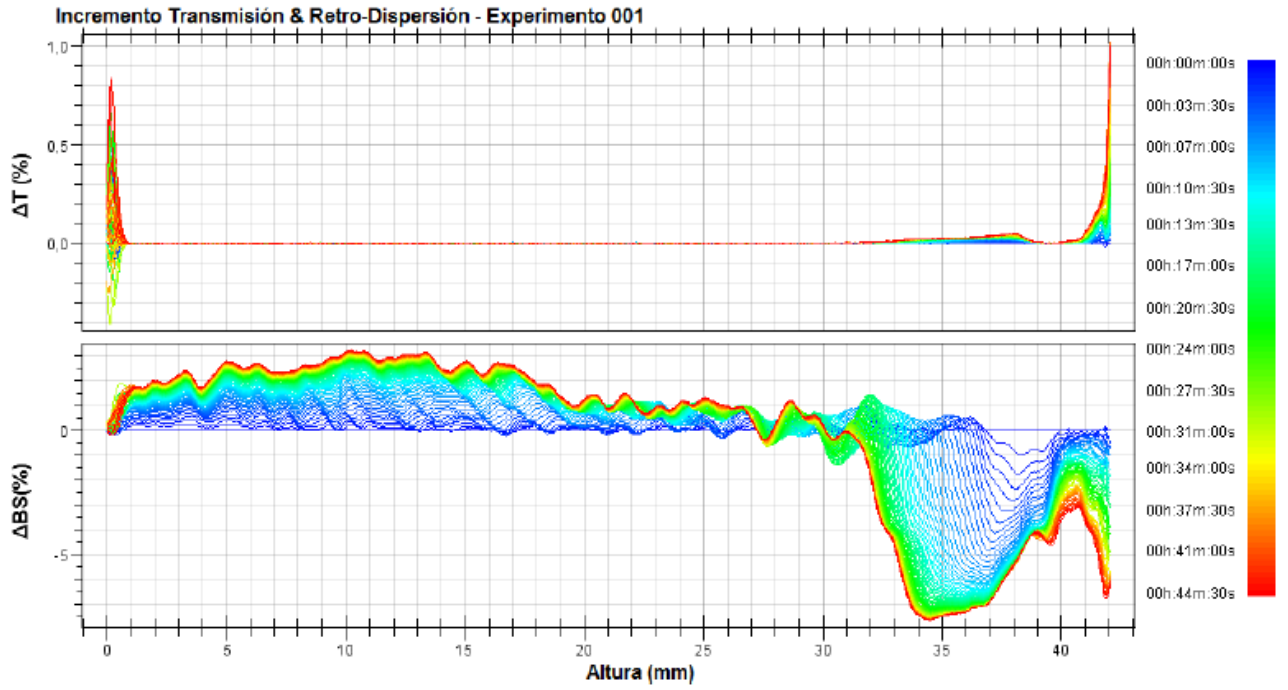


Desestabilización - TSI (global)

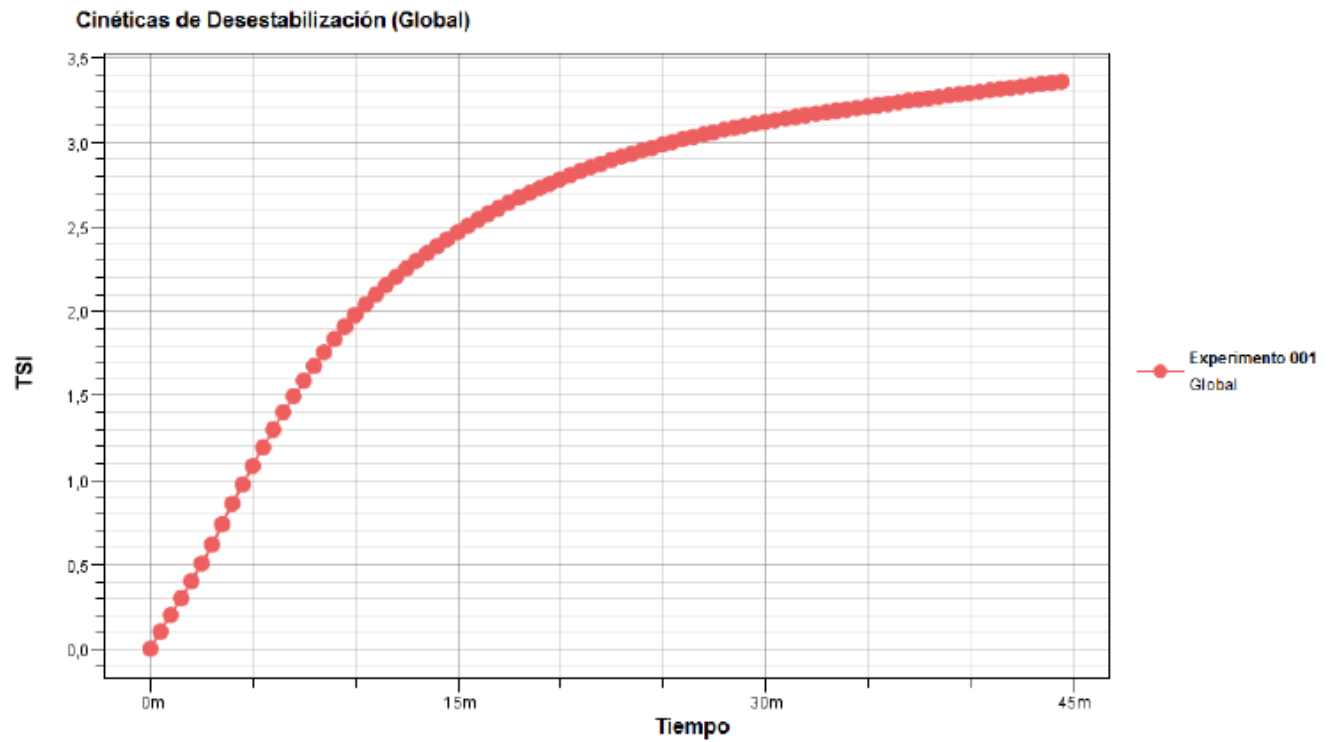


Experimento M25-C75

Datos Brutos - Incremento T & BS

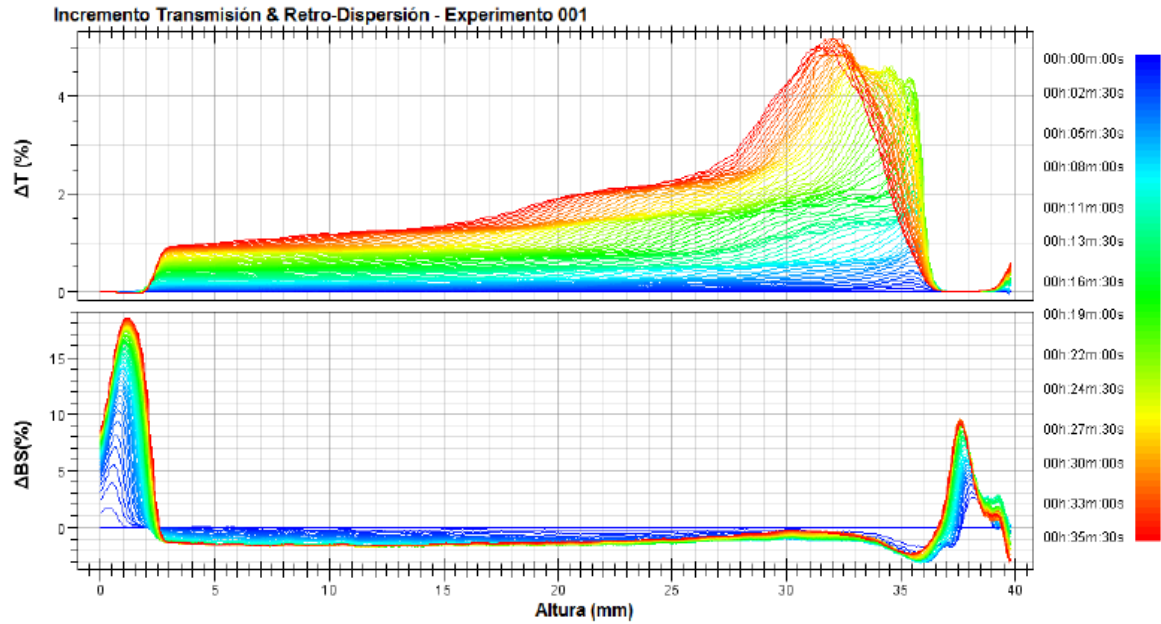


Desestabilización - TSI (global)

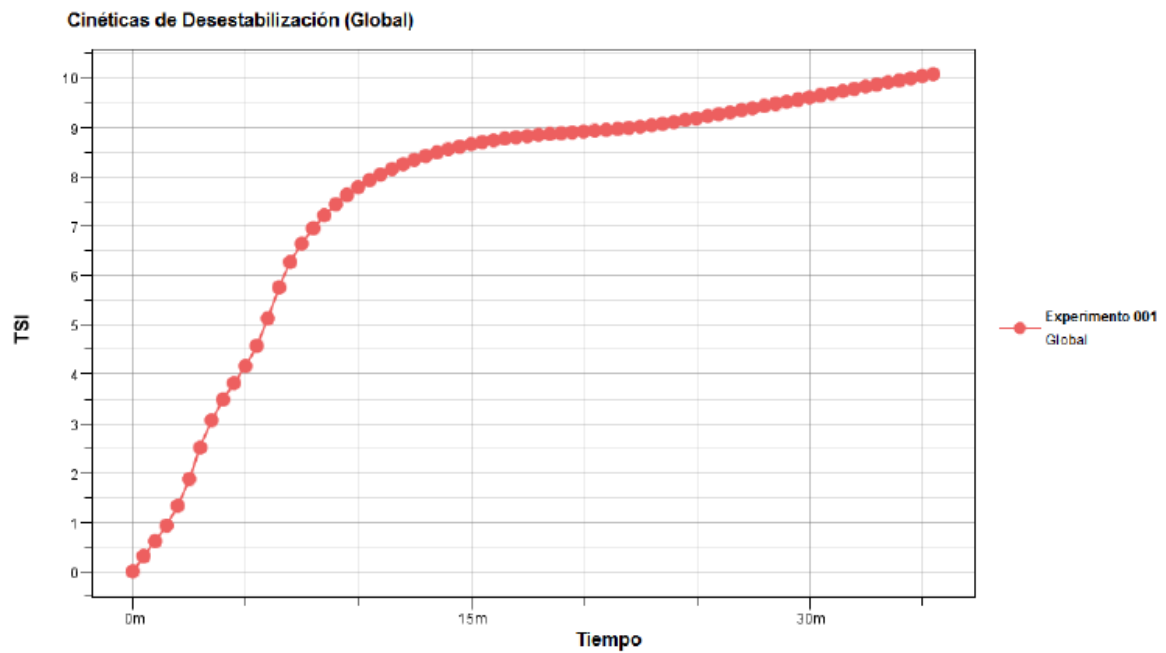


Experimento M25-C75 resuspendido

Datos Brutos - Incremento T & BS

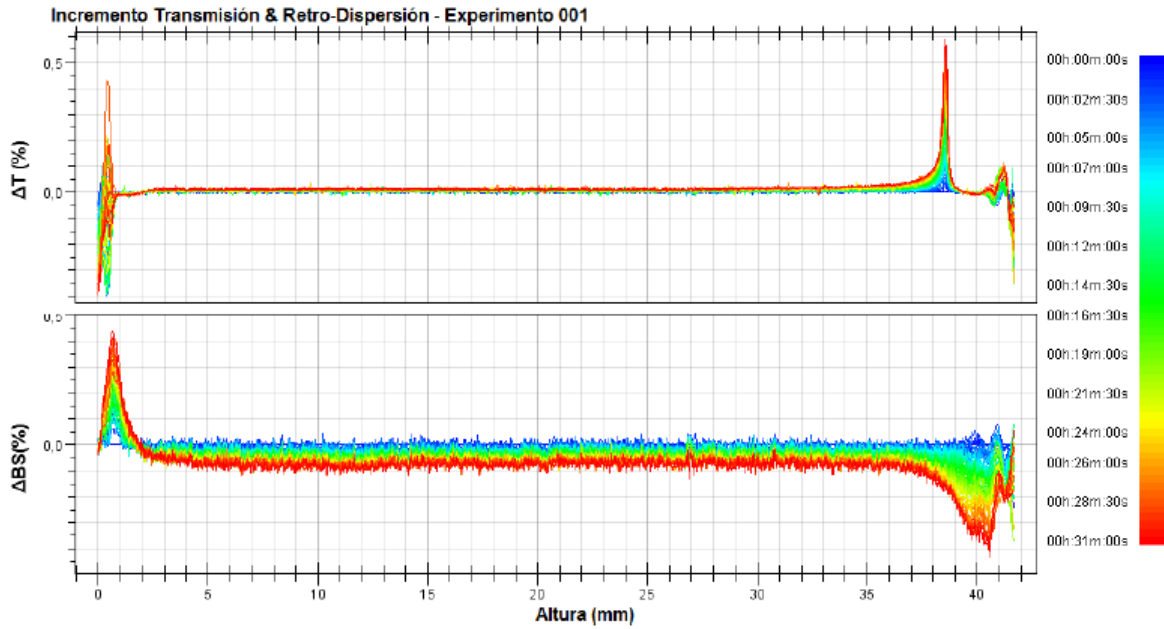


Desestabilización - TSI (global)

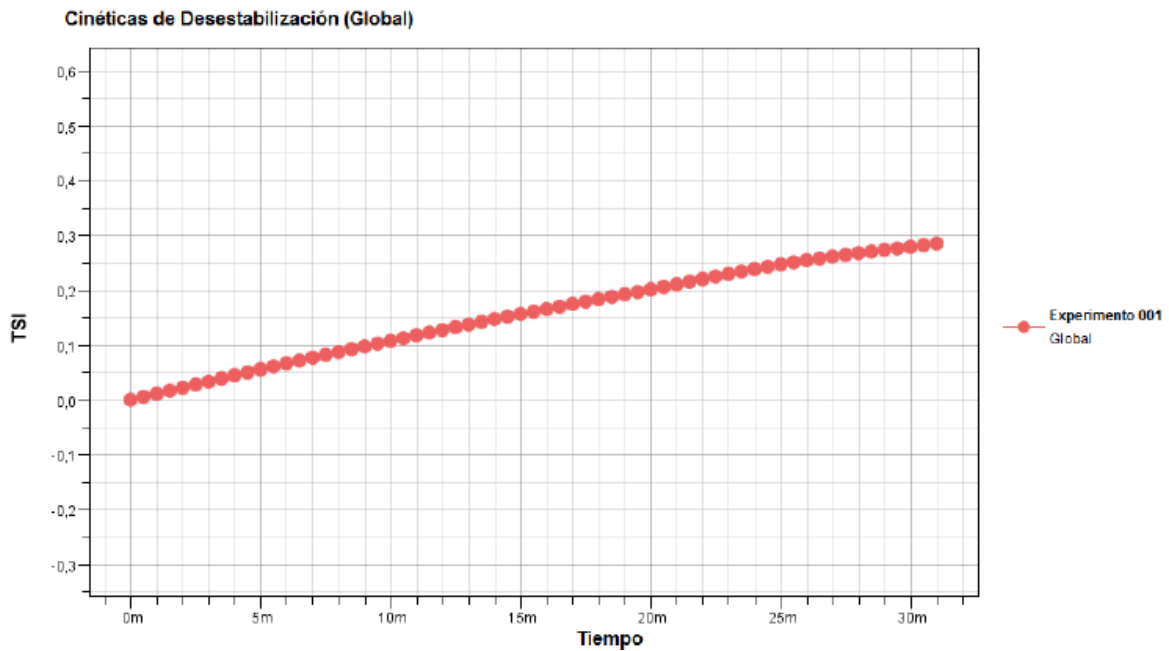


Experimento betacafe

Datos Brutos - Incremento T & BS

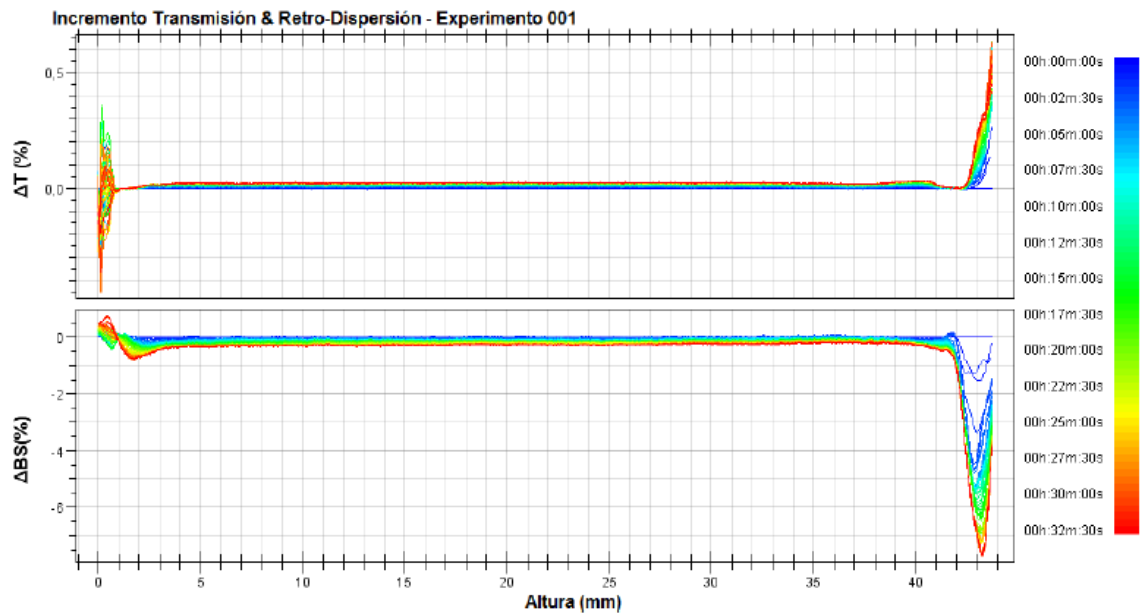


Desestabilización - TSI (global)

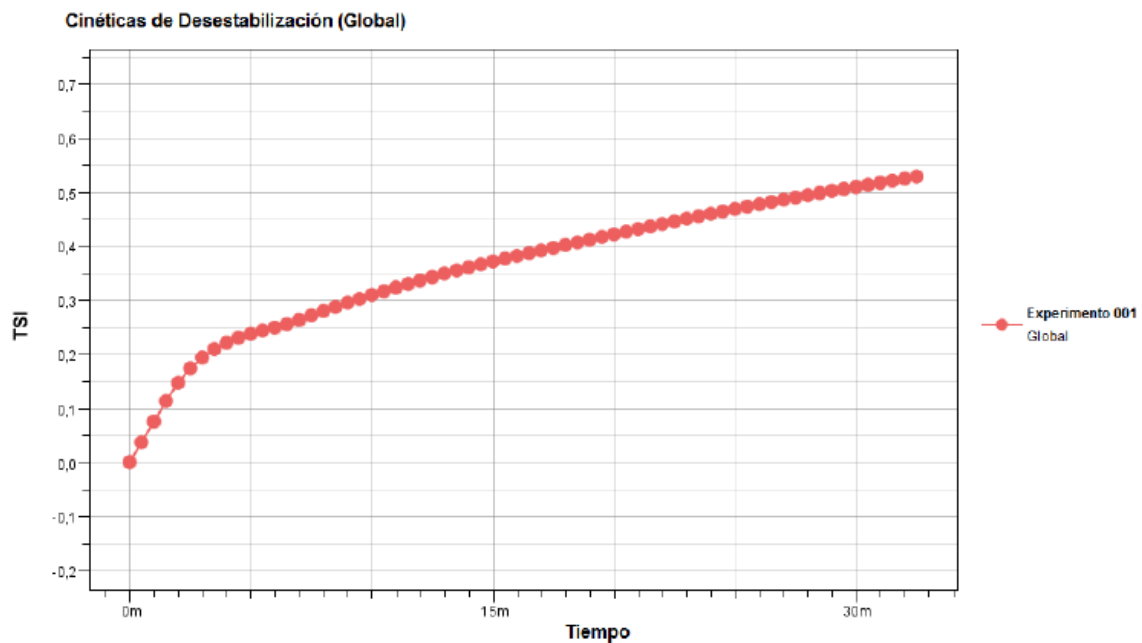


Experimento betacafe resuspendido

Datos Brutos - Incremento T & BS



Desestabilización - TSI (global)



Ficha técnica caseína

PRODIET 87 B

Re f. MPI87 BDS09

TECHNICAL
DATA SHEET

- Description** PRODIET87 B is a milk protein isolate (MPI) in spray-dried powder that contains more than 87% protein on dry matter.
PRODIET87 B is rich in micellar caseins: 92% as compared to 80% in original milk.
- Applications** PRODIET87 B is perfectly adapted to functional foods (bars, beverages...).
PRODIET87 B also offers good heat stability.
- Benefits** PRODIET87 B is rich in high nutritional quality proteins and rich in micellar caseins which have a positive effect on satiety.
PRODIET87 B is thus particularly adapted to the market of sports, dietetic and clinical nutrition.

Technical specifications

Physical-Sensorial	Typical Value	Guaranteed Value	Method of Analysis
Form	Free flowing powder		Internal method
Color	Creamy white		Internal method
Taste and odor	Milky		Internal method
Scorched particles	A	B	ADMI
Bulk density			ISO 8967
Chemical			
Total moisture	5.0 %	≤ 6.0 %	IDF 26
Total protein	83.0 %		ISO 8968
Protein on dry matter	87.5 %	≥ 87.0 %	ISO 8968
Total fat	1.5 %	≤ 2.5 %	ISO 1736
Total carbohydrate	2.0 %		by difference
(of which) Sugars	2.0 %		by difference
Lactose	2 %		by difference
Total ash	8.5 %	≤ 9.0 %	V04-208

Microbiological

	5 000 CFU/ g	< 10 000 CFU/ g	ISO 4833
Total Plate Count	5 000 CFU/ g	< 10 000 CFU/ g	ISO 4833
Yeasts - Moulds	< 10 CFU/ g	< 30 CFU/ g	ISO 6611
Enterobacteriaceae	Negative / g	Negative / g	ISO 8523
Coliform organisms	Negative / g	Negative / g	ISO 4831
E. coli	Negative / g	Negative / g	ISO 7251
Salmonella	Negative / 50 g	Negative / 50 g	ISO 6579
Staphylococcus coag. +	Negative / g	Negative / g	ISO 6888

Nutritional

Energy per 100g	354 kcal - 1501 kJ
-----------------	--------------------

Packaging and storage

Packaging: 20kg bag
Best before date: 18 months when stored in a cool and dry place.

Quality assurance

Additives: Free
Allergens: Milk and products thereof
BSE: Free
Contaminants: Comply with EC regulation
GMO: Free

Regulation

Customs code (EC): 35.04.00.10.00
Suggested labelling: Milk protein isolate (MPI)

Mar. 18, 2016

In the absence of an agreed specification, this technical data sheet would be held valid for delivery.