



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONÓMICAS
ESCUELA DE POSTGRADO

**OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN ACUOSA Y SECADO DEL
BIOPOLÍMERO DE NOPAL (*Opuntia ficus-indica*)**

Tesis para optar al Grado de Magister en Ciencias Agropecuarias

Ing. NIDIA GARCÍA NAUTO

Directores de Tesis
Dra. CARMEN SÁENZ HERNÁNDEZ
Dra. PAZ ROBERT CANALES

Profesores consejeros

Mg. Sc. HUGO NUÑEZ KALASIC
Dr. ÍTALO CHIFFELLE GÓMEZ

SANTIAGO - CHILE
2017

UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONÓMICAS
ESCUELA DE POSTGRADO

**OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN ACUOSA Y SECADO DEL
BIOPOLÍMERO DE NOPAL (*Opuntia ficus-indica*)**

**OPTIMIZATION OF THE AQUEOUS EXTRACTION AND DRYING
PROCESS OF THE NOPAL BIOPOLYMER (*Opuntia ficus-indica*)**

Ing. NIDIA GARCÍA NAUTO

Santiago, Chile
2017

UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONÓMICAS
ESCUELA DE POSTGRADO

**OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN ACUOSA Y SECADO DEL
BIOPOLÍMERO DE NOPAL (*Opuntia ficus-indica*)**

Tesis presentada como parte de los requisitos para optar al Grado de Magíster en
Ciencias Agropecuarias

Ing. NIDIA GARCÍA NAUTO

Calificaciones

**DIRECTORES DE
TESIS**

Carmen Sáenz Hernández
Químico-farmacéutico, Dr.

Aprobado

Paz Robert Canales
Químico, Dr.

Aprobado

PROFESORES CONSEJEROS

Hugo Nuñez Kalasic
Ingeniero Agrónomo, Mg. Sc.

Aprobado

Ítalo Chiffelle Gómez
Bioquímico, Dr.

Aprobado

Santiago, Chile
2017

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por guiarme cada día, darme la sabiduría y ser mi fortaleza espiritual.

A mis padres, Cirilo y Victoria, que por su apoyo, esfuerzo y enseñanza me han llevado estar aquí y ser mejor persona dándome la mejor educación posible.

A mis hermanos Marizol, Yoel, Thalia y Breinster por ser el motivo y motor de mi vida y por cada alegría que traen a mi vida.

A mis directores de tesis Dra. Carmen Sáenz, agradezco enormemente por su constante apoyo tanto académico como personal, por su paciencia, dedicación y sus consejos; a la Dra. Paz Robert, por su tiempo y sus valiosos aportes en el desarrollo de esta investigación.

Al Dr. Luis Alberto Panizzolo de la Facultad de Química de la Universidad de la República de Uruguay y al Dr. Fernando Osorio de la Facultad Tecnológica de la Universidad de Santiago de Chile. Por el apoyo, amistad y facilidades prestadas para trabajar en sus laboratorios.

A mi Colaboradora Ana María Fabry, por la compañía y el apoyo incondicional en el laboratorio de Productos Vegetales.

A mis amigos y compañeros de magister: Jaime L., Oscar M., Cristhian N., Juan Carlos C., Ensminger N., Isai O., Alson T., Ciza R., Eva O., Vianela.

A PRONABEC, por la beca otorgada durante mis estudios de posgrado y al Programa Escala para estudiantes de Postgrado de la AUGM.

DEDICATORIA

A Dios y a mis padres, aunque mi padre ausente físicamente siempre guiándome con los grandiosos recuerdos que guardo de él. Ambos me guiaron por el buen camino, dándome ejemplo de trabajo, sacrificio, entrega y amor.

A mis hermanos por ser mi motivación y a todas las personas tan buenas que generosamente me apoyaron durante mi estadía en Chile.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CAPITULO I: EXTRACCIÓN Y SECADO DEL BIOPOLÍMERO DE NOPAL (<i>Opuntia ficus-indica</i>)	1
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	2
1. Mucílago de nopal.....	2
2. Métodos de extracción	3
3. Procesos de secado de biopolímero de nopal.....	3
3.1. Secado por atomización (<i>Spray Drying-SD</i>)	3
3.2. Secado por liofilización (<i>Freeze drying-FD</i>).....	4
4. Aplicación del biopolímero de nopal en alimentos.....	4
LITERATURA CITADA.....	6
CAPÍTULO II: OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN ACUOSA Y SECADO DEL BIOPOLÍMERO DE NOPAL (<i>Opuntia ficus-indica</i>) Y SU CARACTERIZACIÓN	8
RESUMEN.....	9
ABSTRACT	10
INTRODUCCIÓN	11
HIPÓTESIS	13
OBJETIVOS	13
Objetivo general	13
Objetivos específicos	13
MATERIALES Y MÉTODOS	14
Ubicación del estudio.....	14
Materiales.....	14
Métodos.....	15
Objetivo 1. Optimización del proceso de extracción acuosa del biopolímero de nopal.....	15
Descripción de los métodos de extracción del biopolímero de nopal.....	15
Rendimiento del biopolímero de nopal	17
Objetivo 2. Optimización y evaluación del proceso de secado por atomización y liofilización del biopolímero de nopal que proporciona una mayor solubilidad de este.....	17
a. Secado por atomización (<i>Spray Drying-SD</i>).....	17
b. Secado por liofilización (<i>Freeze drying-FD</i>).....	19
Objetivo 3. Caracterizar física y químicamente el biopolímero de nopal en polvo	19
Análisis estadístico.....	22
RESULTADOS	23
Extracción acuosa del biopolímero de nopal	23

Rendimiento de la extracción del biopolímero de nopal.....	23
Optimización y evaluación del proceso de secado por atomización y liofilización del biopolímero de nopal que proporciona una mayor solubilidad de este.....	24
Características físicas y químicas del biopolímero de nopal secado por atomización y liofilización	26
DISCUSIÓN.....	29
CONCLUSIONES.....	33
LITERATURA CITADA	34

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1. Valores experimentales para los factores de los tratamientos seleccionados.	16
Cuadro 2. Puntos del Diseño Composito Central para la extracción de biopolímero desde paleta de nopal (<i>Opuntia ficus-indica</i>).....	16
Cuadro 3. Valores experimentales para los factores de los tratamientos seleccionados.	17
Cuadro 4. Puntos del Diseño Composito Central para el secado por atomización del extracto del mucílago de nopal (<i>Opuntia ficus-indica</i>).....	18
Cuadro 5. Condiciones experimentales y rendimiento (%) para el diseño Composito Central aplicado en el proceso de extracción.	23
Cuadro 6. Rendimiento óptimo esperado de la extracción del biopolímero de nopal. ..	24
Cuadro 7. Rendimiento del biopolímero de nopal en polvo.	25
Cuadro 8. Rendimiento óptimo del secado por atomización del biopolímero de nopal.	26
Cuadro 9. Rendimiento del biopolímero de nopal en polvo obtenido por liofilización (<i>Freeze drying-FD</i>).	26
Cuadro 10. Características físicas y químicas del biopolímero de nopal en polvo secado por liofilización.	26
Cuadro 11. Características reológicas, parámetros de viscosidad y capacidad de emulsión para el biopolímero de nopal secado por liofilización.....	27
Cuadro 12. Características físicas y químicas del biopolímero de nopal en polvo secado por atomización.	27
Cuadro 13. Características reológicas, parámetros de viscosidad y capacidad de emulsión para el biopolímero de nopal secado por atomización.	28

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Propuesta de estructura parcial para del biopolímero de <i>Opuntia ficus-indica</i>	2
Figura 2. Diagrama de flujo de las tres etapas.	15
Figura 3. Grafica de los puntos experimentales del DCC para la extracción del mucilago de nopal.	17
Figura 4. Grafica de los puntos experimentales del DCC para el secado por atomización (<i>Spray Drying-SD</i>) del mucilago de nopal.....	18
Figura 5. Superficie de respuesta para el Diseño Composito Central aplicado al proceso de extracción en diferentes condiciones de temperatura y relación (paleta/agua).	24
Figura 6. Superficie de respuesta para el Diseño Composito Central aplicado al proceso de secado por Atomizado (SD).	25

ABREVIATURAS

a_w	Actividad de agua
CH	Capacidad de Hinchamiento
L	Luminosidad
C^*	Croma
h°	Tono
RD %	Retrodispersión
$K \text{ (Pa.s}^n\text{)}$	Índice de consistencia
n	Índice de comportamiento de flujo
r^2	Coefficiente de determinación
$E \text{ (mN/m)}$	Módulo dilatacional
$E_d \text{ (mN/m)}$	Módulo elástico
$E_v \text{ (mN/m)}$	Módulo viscoso
RD_i	Variación de Retro Dispersión
$D \text{ (\%)}$	Desestabilización

CAPITULO I: EXTRACCIÓN Y SECADO DEL BIOPOLÍMERO DE NOPAL
(Opuntia ficus-indica)

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1. Mucílago de nopal

El mucílago de nopal es un hidrato de carbono complejo, con una gran capacidad para absorber agua, producido por plantas de la familia de las Cactaceae entre ellas la tuna (*Opuntia ficus-indica*). Algunos investigadores mencionan su potencial industrial, ya que podría emplearse como hidrocoloide en la industria de alimentos (Medina-Torres et al., 2000 y Sáenz et al., 2004). Además, se podría utilizar como agente encapsulante, agente gelificante, modificador de textura y viscosidad y estabilizador de espumas entre otros. Por otro lado, el mucílago al ser extraído de un vegetal, tiene una ventaja sobre los de origen animal, debido a su imagen positiva ante los consumidores (Ibañez y Ferrero, 2003).

El principal componente del mucílago de nopal es un heteropolisacárido con una masa molecular de $2,3 \times 10^4$ a 3×10^6 g mol⁻¹ (Cárdenas et al., 1997 y Medina-Torres et al., 2000). El mucílago de *O. ficus-indica* es una mezcla de polisacáridos ácidos y neutros que consisten principalmente en 24,6 a 42 % de arabinosa; 21-40,1 % galactosa; 8-12,7 % de ácido galacturónico; 7-13,1 % de ramosa y 22,2 % de xilosa (Trachtenberg y Mayer, 1981 y Nobel et al., 1992 citados por Sáenz et al., 2004).

La primera estructura fue propuesta por McGarvie y Parolis (1981a y b), quienes describieron que el mucílago estaba constituido por una molécula de cadena lineal con unidades de (1-4) ácido α -D-galacturónico y (1-2) β -L-ramnosa unidas a cadenas laterales de (1-6)- α -D-galactosa con residuos de *O*-4 ramnosa (Figura 1). Los residuos de galactosa presentan sustituyentes en las posiciones *O*-3, o doble sustitución en *O*-3 y *O*-4 (Fig. 1). La composición de las cadenas periféricas es compleja; identificándose por lo menos 20 tipos diferentes de oligosacáridos (la mayoría de ellos disacáridos y trisacáridos).

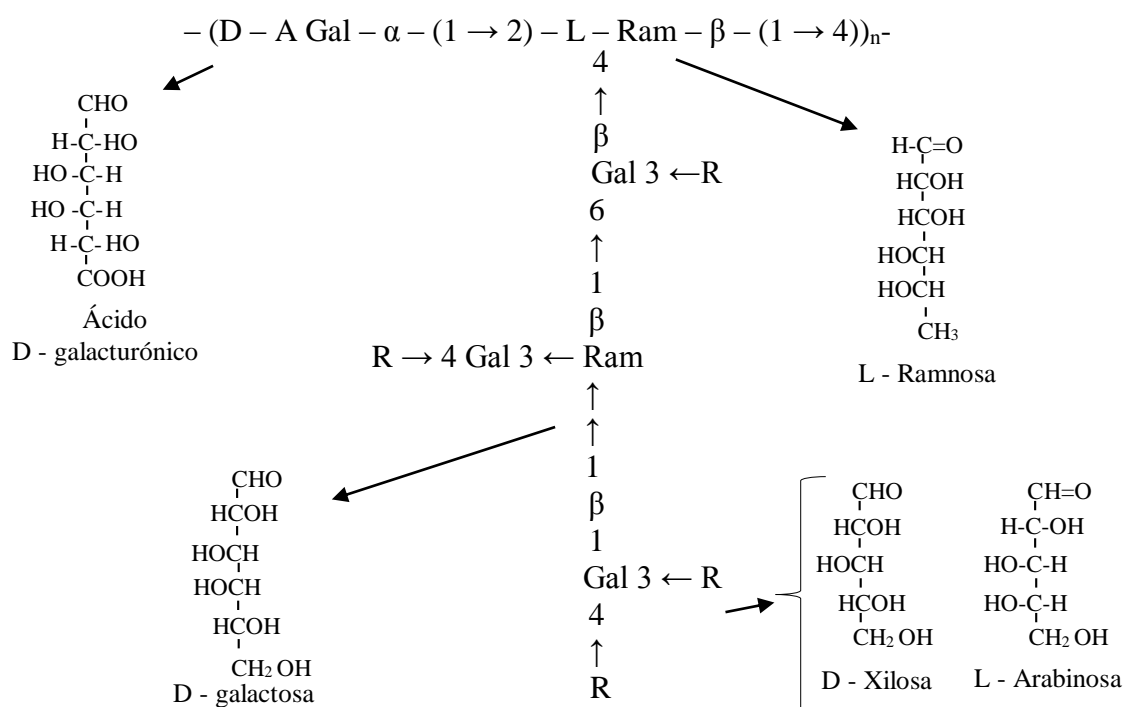


Figura 1. Propuesta de estructura parcial para del biopolímero de *Opuntia ficus-indica*.

2. Métodos de extracción

Con el fin de utilizar el mucílago del nopal y extender su vida útil una vez extraído de la planta, se emplean métodos de extracción y secado, puesto que en fresco es susceptible al ataque microbiano debido a la alta actividad de agua ($> 0,8$) y a su composición, con lo que se reduce su vida útil en 2-3 días a 25 °C.

Existen diversos métodos de extracción del mucílago de nopal, la mayoría de ellos utiliza solventes orgánicos, como etanol, isopropanol o acetona (Medina-Torres et al., 2000; Sepúlveda et al., 2007; Cai et al., 2008; Rodríguez-González et al., 2014; Otálora et al., 2015). Sin embargo, dependiendo del solvente tiene distintas características físicas y químicas del producto obtenido. Después de la extracción, el mucílago se seca, mediante diversos métodos como secado por atomización y/o liofilización (León-Martínez et al., 2010 y León-Martínez et al., 2011).

Uno de los métodos más utilizados para la extracción del mucílago desde el nopal es la combinación de agua fría con etanol y/o isopropanol y/o acetona. El detalle de los procedimientos reportados en la literatura utilizados en la extracción del mucílago de cladodios de tuna (*O. ficus-indica*) se presenta en el **Anexo 1**. Se observa que se obtienen diversos rendimientos, dependiendo de la edad del cladodio, del proceso de extracción, de la relación nopal/agua y mucílago/solvente, tiempo, temperatura de extracción, pH y humedad de los cladodios. Sepúlveda et al. (2007) sugieren aumentar la cantidad de agua de la relación nopal/agua para lograr mayor rendimiento de mucílago. Los mismos autores señalan que el contenido de mucílago en los cladodios podría variar dependiendo de las condiciones climáticas, como temperatura y lluvias, debido a la capacidad de estos polisacáridos para absorber el agua; ya que, cuando hay sequía se sintetizaría más mucílago que cuando no la hay. Por otra parte, la temperatura a la que se realiza la extracción con agua tiende a aumentar el rendimiento de extracción de mucílago (García-Cruz et al., 2013; Medina-Torres et al., 2013; León-Martínez et al., 2010). Por lo tanto, en investigaciones futuras la relación nopal/agua y/o la temperatura a la que se realiza la extracción deberían estudiarse, ya que esto podría conducir a un aumento en el rendimiento de mucílago (Sepúlveda et al., 2007; León-Martínez et al., 2010).

Yahia et al. (2009) al comparar distintos solventes obtuvieron un rendimiento de 0,7 % de mucílago de nopal utilizando acetona (**Anexo 1**). Por su parte León-Martínez et al. (2010) en extracciones acuosas sin el uso de solventes orgánicos, a temperaturas entre 86 y 80 °C obtuvieron un 0,70 y 0,85 % respectivamente, con un contenido de sólidos solubles de 1-3 °Brix. Cai et al. (2008) al estudiar rangos de temperatura de 70 a 90 °C y relaciones nopal/agua de 1/2 - 1/4, señalan que el factor de mayor influencia en la extracción del mucílago es la temperatura, siendo 86,1 °C a una relación nopal/agua de 1/3,71 valores óptimos para ambos factores.

3. Procesos de secado de biopolímero de nopal

Una vez extraído el mucílago todos los autores reportan que este se debe secar para su posterior utilización. Las propiedades reológicas del mucílago de nopal dependen del tipo y condiciones de secado (León-Martínez et al., 2011). Wang et al. (2010) afirman que las propiedades físico-químicas de hidrocoloides son sensibles a los métodos de secado y pueden ser alteradas significativamente.

3.1. Secado por atomización (*Spray Drying-SD*)

El secado por atomización (*Spray Drying-SD*) se basa en pulverizar un producto sobre una masa de aire caliente, recibéndolo en un ciclón separador. Las propiedades físico-

químicas del producto secado por atomización dependen principalmente de la velocidad del flujo y viscosidad de la alimentación, las temperaturas de entrada y de salida del aire de secado, la presión y el tipo de atomizador (Ramírez, 2013). Esta técnica de secado, se utiliza para estabilizar soluciones y suspensiones bajo la forma de polvo. Además, es uno de los procesos comerciales más ampliamente usados en la industria alimentaria, considerada, además, como la técnica más común y de menor costo para obtener materiales en polvo. La obtención de mucílago en polvo secado por atomización (*SD*) tiene la ventaja de un menor costo, con respecto al secado por congelación (*FD*) (Gharsallaoui et al., 2007).

Medina-Torres et al. (2013) señalan que no fue posible secar por atomización el mucílago de nopal debido a su alta viscosidad y que hubo que diluirlo a 1 °Brix para poder hacerlo. Por su parte León-Martínez et al. (2010) evaluaron el comportamiento de la temperatura de entrada de aire, flujo de alimentación y presión de atomización de soluciones acuosas de mucílago de nopal (*O. ficus-indica*) secadas por atomización sin uso de agentes coadyuvantes. Concluyendo que el uso de secado por atomización a una temperatura de aire de entrada de 130 °C, velocidad de atomización de 2100 rpm y flujo de alimentación de 2,30 L/h, logra un polvo estable, de baja higroscopicidad, sin la necesidad de aditivos adicionales.

3.2. Secado por liofilización (*Freeze drying-FD*)

La liofilización (*Freeze drying-FD*) es un proceso de secado utilizado para la conservación de alimentos sensibles al calor y otros materiales biológicos, basada en la sublimación, del hielo previa congelación del material. Se considera una de las técnicas más avanzadas para secar productos de alto valor, sensibles al calor. Como se señaló este método se lleva a cabo en dos etapas: la primera consiste en congelar el producto y la segunda en remover el hielo mediante sublimación. Debido a que el método incluye el procesamiento a temperaturas bajas, sus productos se consideran de mejor calidad que los obtenidos bajo técnicas convencionales de secado, además, la deshidratación casi completa, minimiza las reacciones de deterioro como el pardeamiento no enzimático, la desnaturalización de proteínas y las reacciones enzimáticas que causan la degradación química de los productos (Oikonomopoulou et al., 2011).

Las propiedades finales del producto liofilizado dependen de sus propiedades de congelación (concentración de sólidos solubles, presencia y distribución de aire o gas en la fase líquida), la principal desventaja de la liofilización son el alto gasto energético y el largo tiempo para el secado (Ramírez, 2013).

Hasta donde se conoce, son escasos los estudios que utilizan liofilización para secar el mucílago de nopal. En vista de que León-Martínez et al. (2011) encontraron que al secar el mucílago de nopal por atomización produce un producto en polvo estable con propiedades reológicas (viscosa y elástica) menores que mediante secado por liofilización, es una de las técnicas que se utilizará en este estudio.

4. Aplicación del biopolímero de nopal en alimentos

En la actualidad hay un creciente interés hacia una alimentación natural y saludable. Los consumidores buscan además de nutrirse, que los productos sean beneficiosos para su salud y sobre todo sean inocuos. El mucílago de nopal se presenta como un potencial aditivo para la industria alimentaria y se han reportado diversas investigaciones al respecto. Por ejemplo, como recubrimiento comestible para extender la vida útil de fresas (Del-Valle et al., 2005). Por su parte, Aquino et al. (2009) comprobaron que soluciones concentradas de mucílago de nopal combinada con diferentes concentraciones de ácido

cítrico (1 %) y bisulfito de sodio (500 ppm) como cubierta protectora de rebanadas de plátano deshidratado a temperatura de 50 °C, disminuye o inhibe el oscurecimiento de este y como tal conserva la calidad del producto durante su almacenamiento. Además, Abraján (2008) reportó que el mucílago de nopal tiene buenas propiedades formadoras de “film” comestible en jícama cortada, el recubrimiento redujo la pérdida de firmeza, pero no la pérdida de peso durante el almacenamiento. Por otro lado, Espinoza et al. (2006) afirmaron la importancia de aprovechar los componentes químicos principales presentes en el nopal (proteínas, hidrato de carbono y pectina total), los cuales tienen una alta capacidad viscosante, lo que podría favorecer la capacidad de absorción del material y por ende facilitar la obtención de gel-dulce con alto contenido de fibra a partir de nopal. Además, investigaciones recientes sobre la generación de nuevos métodos de encapsulación, se centran en conseguir un material de recubrimiento que garantice las condiciones de protección requeridas para distintos aditivos encapsulados (Aponte, 2011). Con respecto a lo anterior, Medina-Torres et al. (2013) en su estudio de microencapsulación de ácido gálico con mucílago de nopal (*O. ficus-indica*), demostraron que este hidrocoloide es un agente encapsulante prometedor para la incorporación de ácido gálico en alimentos funcionales. Este estudio abre posibilidades para nuevas aplicaciones del mucílago de nopal.

Entre las propiedades de los biopolímeros para definir su posible aplicación en alimentos, se encuentra en primer lugar la solubilidad en agua. Existen escasos trabajos sobre la solubilidad del mucílago, sin embargo como ya se indicó, los métodos de extracción con solventes orgánicos, modificarían esta propiedad. León-Martínez et al. (2010) reportaron que el mucílago en polvo obtenido por secado por atomización y reconstituido, mostró una alta polidispersidad, con un rango de tamaño de partículas que va desde 1-1000 μm , con tendencia a sedimentación de partículas de gran tamaño, lo que provocaría inestabilidad en la disolución reconstituida, generando menores viscosidades de mucílago. Aseguran que en esto influiría el método de extracción. Según las investigaciones de León-Martínez et al. (2010) y Orozco et al. (2007) los efectos de las condiciones de secado en algunas propiedades fisicoquímicas (viscosidad aparente, densidad aparente, rendimiento, contenido de humedad, temperatura de transición vítrea y morfología de las partículas) han sido investigados en secado por aspersión en mucílago de *O. ficus-indica*. En consecuencia estas características dependen de los parámetros de secado, ya que son sensibles a variaciones en la estructura molecular, y son útiles en el desarrollo de las relaciones estructura-función para los sistemas de soluciones de polisacáridos y de las interacciones intermoleculares, como las propiedades de gelificación del polisacárido, que dependen de la reología de la solución (León-Martínez et al., 2011). Otro aspecto de interés, son las propiedades reológicas, sobre las cuales existen varios trabajos, entre ellos destaca el de Medina-Torres et al. (2000).

LITERATURA CITADA

- Abrajan, M. 2008. "Efecto del método de extracción en las características químicas y físicas del mucílago del nopal (*Opuntia ficus-indica*) y estudio de su aplicación como recubrimiento comestible". Memoria tesis Doctoral. Departamento de Tecnología de Alimentos. Universidad Politécnica de Valencia. 212 h.
- Aquino, L. V.; J. Rodríguez; L. L. Méndez y K. F. Torres, 2009. Inhibición del oscurecimiento con mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*) en el secado se plátano roatán. *Información Tecnológica*, 20(4): 15–20.
- Aponte, A. 2011. Encapsulación de aditivos para la industria de alimentos, 73–83. Retrieved from <http://bibliotecadigital.univalle.edu.co/handle/10893/1561>.
- Cárdenas, A.; I. Higuera-Ciapara and F. M. Goycoolea. 1997. Rheology and aggregation of Cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage in solution. *Centro de Investigación en alimentos y Desarrollo A.C.*, 152 -157.
- Cai, W; X. Gu and J. Tang. 2008. Extraction, purification, and characterization of the polysaccharides from *Opuntia milpa alta*. *Carbohydrate Polymers*, 71(3): 403–410.
- Del-Valle, V.; P. Hernández-Muñoz; A. Guarda and M. J. Galotto. 2005. Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus-indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. *Food Chemistry*, 91(4): 751–756.
- Espinoza, A. N.; A. G. Miranda; M. C. Pineda; L. Gonzalez - Cruz y A. B. Nicanor. 2006. Obtención de Dulces a partir del nopal (*Opuntia robusta Wendl*) www.respyn.uanl.mx/especiales/2006/ee-14-2006/documentos/Art22.pdf.
- García-Cruz, E. E; J. Rodríguez-Ramírez; L. L. Méndez Lagunas and L. Medina-Torres. 2013. Rheological and physical properties of spray-dried mucilage obtained from *Hylocereus undatus* cladodes. *Carbohydrate Polymers*, 91(1): 394–402.
- Gharsallaoui, A; G. Roudaut; O. Chambin; A. Voilley and R. Saurel. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9): 1107–1121.
- Ibañez, M. C. and C. Ferrero. 2003. Extraction and characterization of the hydrocolloid from *Prosopis flexuosa* DC seeds. *Food Research International*, 36(5): 455–460.
- León-Martínez, F. M.; J. Rodríguez-Ramírez; L. L. Medina-Torres; L. L. Méndez Lagunas and M. J. Bernad-Bernad. 2011. Effects of drying conditions on the rheological properties of reconstituted mucilage solutions (*Opuntia ficus-indica*). *Carbohydrate Polymers*, 84(1): 439–445.
- León-Martínez, F. M.; L. L. Méndez-Lagunas and J. Rodríguez-Ramírez. 2010. Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81(4): 864–870.
- McGarvie, D. and P. H. Parolis. 1981a. Methylation analysis of the mucilage of *Opuntia ficus-indica*. *Carbohydrate Research*, 88: 305–314.

- McGarvie, D., P. H. Parolis. 1981b. The acid-labile, peripheral chains of the mucilage of *Opuntia ficu-indica*. *Carbohydrate Research*, 94: 57–65.
- Medina-Torres, L.; E. Brito-De La Fuente; B. Torrestiana- Sánchez, and R. Kattain. 2000. Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus-indica*). *Food Hydrocolloids*, 14: 417-424.
- Medina-Torres, L.; E. E. García-Cruz; F. Calderas; R. F. González Laredo; G. Sánchez-Olivares; Gallegos-Infante et al. 2013. Microencapsulation by spray drying of gallic acid with nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*). *LWT - Food Science and Technology*, 50(2): 642–650.
- Oikonomopoulou, V. P.; M. K. Krokida and V. T. Karathanos. 2011. Structural properties of freeze-dried rice. *Journal of Food Engineering*, 107: 326–333.
- Orozco, A.C.; S.D. Diaz y S.S. García. 2007. Extracto de nopal: reología y secado por aspersión. VI Congreso Iberoamericano de Ingeniería de Alimentos, Guanajuato- México, pp 277-283.
- Ramirez, M. J. 2013. Evaluación de variables de un proceso de microencapsulación para la estabilización de polifenoles. Memoria de Magister. Ingeniería Química. Universidad Nacional de Colombia. Colombia. 80 h.
- Sáenz, C.; E. Sepúlveda and B. Matsuhiro. 2004. *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environment*, 57: 275–290.
- Sepúlveda, E.; C. Sáenz; E. Aliaga y C. Aceituno. 2007. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of Arid Environments*, 68(4): 534–545.
- Wang, Y.; D. Li; L. J. Wang; S. J. Li and B. Adhikari. 2010. Effects of drying methods on the functional properties of flaxseed gum powders. *Carbohydrate Polymers*, 81(1): 124–375.
- Yahia, E. M.; J. De J. Ornelas and A. Anaya. 2009. Extraction and chemical characteristics of mucilage from Mesquite, Aloe Vera, Maguey and Prickly Pear Cactus Cladodes (nopal) and Evaluation of Its Prebiotic Effect on the Growth of 2 Probiotic Bacteria. *Acta Horticulturae*, 841: 625–628.

**CAPÍTULO II: OPTIMIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN ACUOSA Y SECADO
DEL BIOPOLÍMERO DE NOPAL (*Opuntia ficus-indica*) Y SU
CARACTERIZACIÓN**

RESUMEN

El biopolímero de nopal es considerado potencialmente como un aditivo natural para la industria alimentaria; para ello uno de los aspectos importantes es mejorar los rendimientos de extracción, puesto que además de ser bajo, el producto en fresco es susceptible al ataque microbiano debido a su alta actividad de agua ($>0,8$) y a su composición. Las características físicas y químicas de estos biopolímeros dependen en gran medida del método de extracción y secado. El objetivo de este estudio fue optimizar el sistema de extracción acuosa y el tipo de secado del biopolímero de nopal, así como caracterizar el polvo obtenido. La extracción y secado del biopolímero desde paletas de tuna (*Opuntia ficus-indica*) se aplicó un Diseño Composito Central (DCC), con 11 tratamientos. Las variables independientes para la extracción acuosa fueron (temperatura de extracción y relación paleta/agua) y para el secado fueron temperatura del aire de entrada al secador y contenido de sólidos solubles y la variable dependiente fue el rendimiento para ambos casos.

Para obtener las condiciones óptimas se aplicó la metodología de superficie respuesta y la función deseabilidad. Los resultados mostraron que las condiciones óptimas para la extracción acuosa del biopolímero de nopal fueron una relación paleta/agua de 1/6,8 y una temperatura de 89,7 °C, para un rendimiento óptimo de 1 %. Por otro lado las condiciones óptimas para el secado por atomización fueron una temperatura del aire de entrada al secador de 166,4 °C y un contenido de sólidos solubles de 4 °Brix, logrando un rendimiento óptimo de 59,6 %. El polvo de mucílago de nopal obtenido por secado por atomización presentó una solubilidad e higroscopicidad similar al polvo de mucílago liofilizado. Sin embargo, ambos presentaron diferencias estadísticamente significativas en humedad, actividad de agua, capacidad de hinchamiento, viscosidad, reología interfacial, capacidad emulsificante y estabilidad de las emulsiones. En conclusión, la temperatura de extracción y el contenido de sólidos solubles tuvieron un efecto significativo sobre el rendimiento en el proceso de la extracción acuosa y el tipo de secado, respectivamente, produciendo polvos atomizados y liofilizados altamente solubles.

Palabra Clave: Biopolímero de nopal, atomización, liofilización, rendimiento.

ABSTRACT

The nopal biopolymer is potentially considered as a natural additive in the food industry, for this one important aspect is to improve the extraction yields, since in addition to being low, the fresh product is susceptible to microbial attack due to its high water activity (> 0.8) and composition. The physical and chemical characteristics of these biopolymers depend mainly to the extraction and drying method. The objective of this study was to optimize the aqueous extraction system and the drying type of the nopal biopolymer as well as to characterize the obtained powder. For the extraction and drying of the biopolymer from nopal paddle (*Opuntia ficus-indica*) was carried out by applying a Central Composite Design (DCC), with 11 treatments. The independent variables for the aqueous extraction were extraction temperature and paddle / water ratio and for drying, inlet air temperature in the dryer and soluble solids content and the dependent variable was yield in both cases.

To obtain the optimum conditions, the surface response methodology and the desirability function were applied. The results showed that the optimal conditions for the aqueous extraction of the nopal biopolymer were a pad / water ratio of 1/6.8 and a temperature of 89.7 ° C, for an optimum yield of 1 %. On the other hand the optimum conditions for spray drying were a dryer air temperature of 166.4 °C and a soluble solids content of 4 °Brix and achieving an optimum yield of 59.6 %. The nopal mucilage powder obtained by spray drying showed similar solubility and hygroscopicity to lyophilized mucilage powder. However, both presented statistically significant differences in moisture, water activity, swelling capacity, viscosity, interfacial rheology, emulsifying capacity and emulsion stability. In conclusion, the extraction temperature and soluble solids content had a significant effect on the yield in the aqueous extraction process and the type of drying, respectively, producing highly soluble spray powders and lyophilized powders.

Keyword: Nopal biopolymer, atomization, lyophilization, yield.

INTRODUCCIÓN

El biopolímero de nopal (*Opuntia ficus-indica*) proviene de una especie vegetal de bajo requerimiento hídrico que se desarrolla en zonas áridas o semiáridas, perteneciente a la familia Cactaceae y se distribuye en las diferentes partes de la planta, en los cladodios y en las frutas (cáscara y pulpa). Desde hace algunos años se considera esta planta como una fuente potencial de biopolímeros industriales (Sáenz et al., 2004). El principal componente del mucílago es un heteropolisacárido de alta masa molecular $2,3 \times 10^4$ a $3,0 \times 10^6$ g mol⁻¹ (Cárdenas et al., 1997 y Medina-Torres et al., 2000), proyectándose como un biopolímero con variadas aplicaciones en alimentos como espesante, emulsionante, gelificante, encapsulante y además de propiedades medicinales y nutricionales (Sáenz, 2004 y 2006; Medina-Torres et al., 2000 y 2013).

Actualmente, uno de los desafíos, es mejorar el rendimiento de extracción del mucílago de nopal, con procesos de extracción amigables con el medio ambiente. En la literatura los estudios, generalmente utilizan, una combinación de agua y/o isopropanol y/o acetona, a distintas temperaturas para extraer el mucílago (Medina-Torres et al., 2000). Los rendimientos reportados son variables entre 0,5 y 0,7 %. Esta variabilidad se puede atribuir a condiciones de extracción tales como, relación paleta/agua y temperatura de extracción, entre otras. Además, el uso del biopolímero de nopal extraído es limitado, ya que es susceptible al ataque microbiano por su alta actividad de agua (> 0,8), por ello es necesario utilizar procesos de secado como la liofilización y/o secado por atomización, que permiten obtener un polvo con baja actividad de agua y extender así su vida útil. Además, obtener un polvo facilita su manipulación, transporte y almacenamiento.

La liofilización es un proceso donde el agua pasa de un estado sólido a un estado de gas directamente, este método se aplica a compuestos sensibles a altas temperaturas. Un proceso de liofilización exitoso conserva la mayor parte de las propiedades iniciales de las materias primas tales como el color, sabor, textura y la actividad biológica (Ceballos, 2012). Más utilizado que la liofilización en la industria alimentaria es el secado por atomización, un proceso que transforma un líquido en polvo en un solo paso. El secado por atomización es un proceso económico y el tiempo de secado es bajo (5 a 100 s) disminuyendo la posibilidad de reacciones de degradación (Fang, 2010; Gharsallaoui et al., 2007). Sin embargo, el principal inconveniente para este tipo de secado son los alimentos que contienen azúcares dado su comportamiento termoplástico, lo cual provoca bajos rendimientos y problemas de operación (Gharsallaoui et al., 2007). Estudios realizados por Ooham y Mazza (2001), y por León-Martínez et al. (2010, 2011) sobre secado por atomización de goma de linaza y mucílago de *Opuntia ficus-indica* mencionan que los parámetros de secado y la naturaleza del material alimentado al secador afectan las propiedades y el rendimiento del polvo. Se han investigado los efectos de las condiciones de secado sobre algunas propiedades fisicoquímicas (viscosidad aparente, rendimiento, contenido de humedad, temperatura de transición vítrea y morfología de la partícula) para el secado del mucílago de *Opuntia ficus-indica* (León-Martínez et al., 2010; Orozco et al., 2007). Sin embargo, algunas propiedades como solubilidad, actividad de agua, capacidad emulsificante, higroscopicidad, capacidad de hinchamiento y color, no han sido suficientemente estudiadas en los dos tipos de secado (liofilizado y atomizado). Por otro lado, las propiedades fisicoquímicas y reológicas de los hidrocoloides son sensibles a los métodos de preparación y pueden ser alteradas por los procesos de secado (Wang et al., 2010; Schuck, 2009), en consecuencia es necesaria una optimización de las condiciones de extracción y secado, aplicando un diseño estadístico que permita reducir el número de pruebas. La Metodología de superficie de

respuestas (RSM) y la función deseabilidad se utilizan para el análisis de los datos experimentales en la optimización (Youssefi, 2009).

En consecuencia, en este estudio se buscó optimizar las condiciones de extracción acuosa del biopolímero. Además, con el fin de prolongar la vida útil del biopolímero de nopal extraído, se emplearon dos sistemas de secado, liofilización y atomización. Posteriormente se caracterizaron física y químicamente el polvo obtenido (biopolímero).

HIPÓTESIS

La extracción acuosa bajo temperaturas altas y mayor relación (agua/paleta) y el sistema de secado por atomización aumentan el rendimiento del biopolímero de nopal logrando, a su vez, un producto de mayor solubilidad.

OBJETIVOS

Objetivo general

Optimizar el sistema de extracción acuosa y el tipo de secado del biopolímero de nopal y caracterizar el polvo obtenido.

Objetivos específicos

- Optimizar el proceso de extracción acuosa del biopolímero de nopal.
- Optimizar y evaluar el proceso de secado por atomización y liofilización del biopolímero de nopal que proporciona una mayor solubilidad de este.
- Caracterizar física y químicamente el biopolímero de nopal en polvo.

MATERIALES Y MÉTODOS

Ubicación del estudio

Esta investigación se llevó a cabo en el Laboratorio de Productos Vegetales del Departamento de Agroindustria y Enología de la Facultad de Ciencias Agronómicas y en el Laboratorio de Química de los Alimentos del Departamento de Ciencias de los Alimentos y Tecnología Química de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas, ambos de la Universidad de Chile.

Así mismo, se realizaron algunos análisis en el Laboratorio de Química del Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Facultad de Química de la Universidad de la República de Uruguay y Laboratorio de Investigación del Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Facultad Tecnológica de la Universidad Santiago de Chile.

Materiales

Se utilizaron cladodios de nopal (*Opuntia ficus-indica*) según recomendaciones de Sepúlveda et al. (2007) de 1-2 años de edad; con un peso aproximado de 2,0 kg y un ancho, largo y grosor, en promedio de 24,1 cm x 48,0 cm x 2,4 cm, respectivamente; cosechados en la Estación Experimental “Antumapu” de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de Chile, ubicada a 33° 40′ latitud sur, 70° 38′ longitud y 605 m.s.n.m. en la ciudad de Santiago (Región Metropolitana) Chile.

Los cladodios se conservaron a 5 ± 2 °C hasta su utilización para la extracción del mucílago. Así mismo, las muestras extraídas y obtenidas bajo condiciones óptimas, se conservaron a 2 ± 1 °C hasta el proceso de secado, por último las muestras secas se envasaron en frascos de vidrio y almacenaron en un desecador hasta su análisis.

Métodos

La presente investigación se dividió en 3 partes, según los objetivos planteados, las que se describen a continuación (Figura 2).

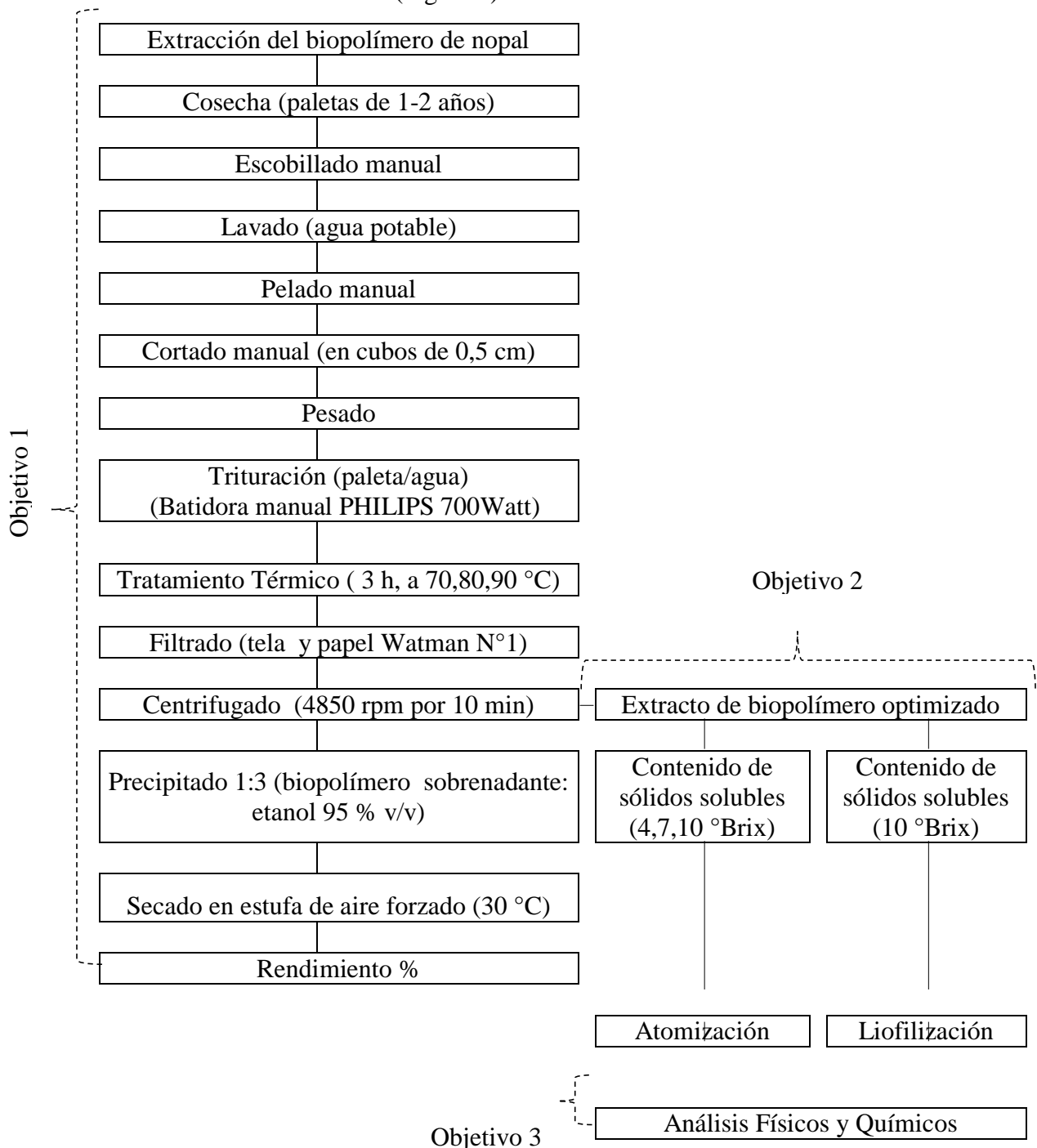


Figura 2. Diagrama de flujo de las tres etapas.

Objetivo 1. Optimización del proceso de extracción acuosa del biopolímero de nopal

Descripción de los métodos de extracción del biopolímero de nopal

La extracción de mucilago de nopal se realizó de acuerdo al diagrama de flujo que se muestra en la Figura 2. Las paletas de nopal se cortaron en trozos de 0,5 cm de espesor retirando la capa externa (espinas, epidermis y clorénquima) dejando sólo la medula, se utilizó agua potable en diferentes relaciones paleta/agua y se trituró por 11 segundos con una Batidora manual PHILIPS 700Watt, posteriormente se sometieron a distintos rangos de temperaturas (Cuadro 1), en constante agitación por tres horas, finalmente se filtraron a través de un tamiz de tela y un papel filtro Watman N°1. Para optimizar la extracción se consideró dos factores, la relación paleta/agua con tres niveles (1/3, 1/6, 1/9), y el factor temperatura con tres niveles (70, 80 y 90 °C), con 11 puntos o tratamientos, completamente aleatorizados (Cuadro 2) (Statgraphics Centurión XVI.I) (González et al., 2006).

El Cuadro 1 muestra los valores codificados de los factores y los niveles seleccionados con tres puntos centrales, $\alpha=1$ para este estudio, así mismo los respectivos valores experimentales (-1, 0, 1).

Cuadro 1. Valores experimentales para los factores de los tratamientos seleccionados.

Código	Factor	Nivel				
		- α	-1	0	1	+ α
A	Temperatura (°C)		70	80	90	
B	Relación de (paleta/agua)		1/3	1/6	1/9	

Los puntos experimentales del Diseño Composito Central se detallan en el Cuadro 2 y Figura 3.

Cuadro 2. Puntos del Diseño Composito Central para la extracción de biopolímero desde paleta de nopal (*Opuntia ficus-indica*).

Tratamientos	Variables Independientes	
	Temperatura (°C)	Relación (paleta/ agua)
T1	70	1/3
T2	70	1/9
T3	90	1/3
T4	90	1/9
T5	80	1/3
T6	70	1/6
T7	80	1/9
T8	90	1/6
T9	80	1/6
T10	80	1/6
T11	80	1/6

La variable respuesta (Rendimiento, en %) fue analizada por triplicado. Los resultados se analizaron estadísticamente por ANDEVA a un nivel de significancia de $p < 0,05$ y para la optimización de la extracción se utilizó la Metodología de Superficie Respuesta (MSR). La unidad experimental (UE) fue de 200 g de paleta de nopal.

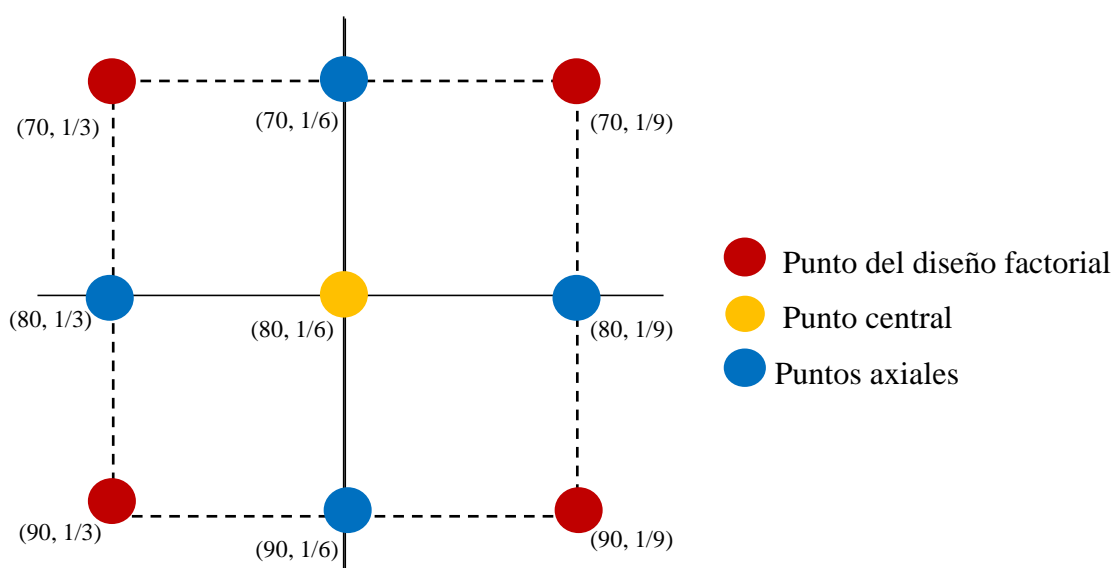


Figura 3. Grafica de los puntos experimentales del DCC para la extracción del mucilago de nopal.

Rendimiento del biopolímero de nopal

El cálculo de rendimiento se determinó de acuerdo a la metodología descrita por Sáenz et al. (1992). Para lo cual el biopolímero de nopal filtrado se centrifugó a 4850 rpm a 4 °C por 11 minutos y al líquido centrifugado (sobrenadante) se le agregó etanol en relación de 1/3 (biopolímero sobrenadante: etanol). El biopolímero aislado se secó en estufa de aire caliente a 30 °C y se pesó para determinar el rendimiento. Este análisis se efectuó por triplicado.

Objetivo 2. Optimización y evaluación del proceso de secado por atomización y liofilización del biopolímero de nopal que proporciona una mayor solubilidad de este

a. Secado por atomización (*Spray Drying-SD*)

El objetivo de este proceso fue la optimización del factor temperatura del aire de entrada al secador con tres niveles (150, 165 y 180 °C), y del factor contenido de sólidos solubles del biopolímero de nopal con tres niveles (4, 7 y 10 °Brix) (Cuadro 3), con 11 puntos o tratamientos completamente aleatorizados (Cuadro 4) (Statgraphics Centurión XVI.I).

El Cuadro 3 muestra los valores codificados de los factores y los niveles seleccionados para este estudio, así mismo los respectivos valores experimentales (-1, 0, 1).

Cuadro 3. Valores experimentales para los factores de los tratamientos seleccionados.

Código	Factor	Nivel				
		- α	-1	0	1	+ α
A	Temperatura del aire de entrada al secador (°C)	150	165	180		
B	Contenidos de sólidos solubles (°Brix)	4	7	10		

Los puntos experimentales del Diseño Composito Central se detallan en el Cuadro 4 y Figura 4.

Cuadro 4. Puntos del Diseño Composito Central para el secado por atomización del extracto del mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*).

Tratamientos	Variables Independientes	
	Temperatura del aire de entrada al secador (°C)	Contenido de sólidos solubles (°Brix)
T1	150	4
T2	150	10
T3	180	4
T4	180	10
T5	165	4
T6	150	7
T7	165	10
T8	180	7
T9	165	7
T10	165	7
T11	165	7

La variable de respuesta de rendimiento (%) fue analizada por triplicado. Los resultados fueron analizados estadísticamente por ANDEVA a un nivel de significancia de $p < 0,05$ y para la optimización de la extracción se utilizó Metodología de Superficie Respuesta (MSR). La unidad experimental (UE) fue de 120 mL de biopolímero extraído.

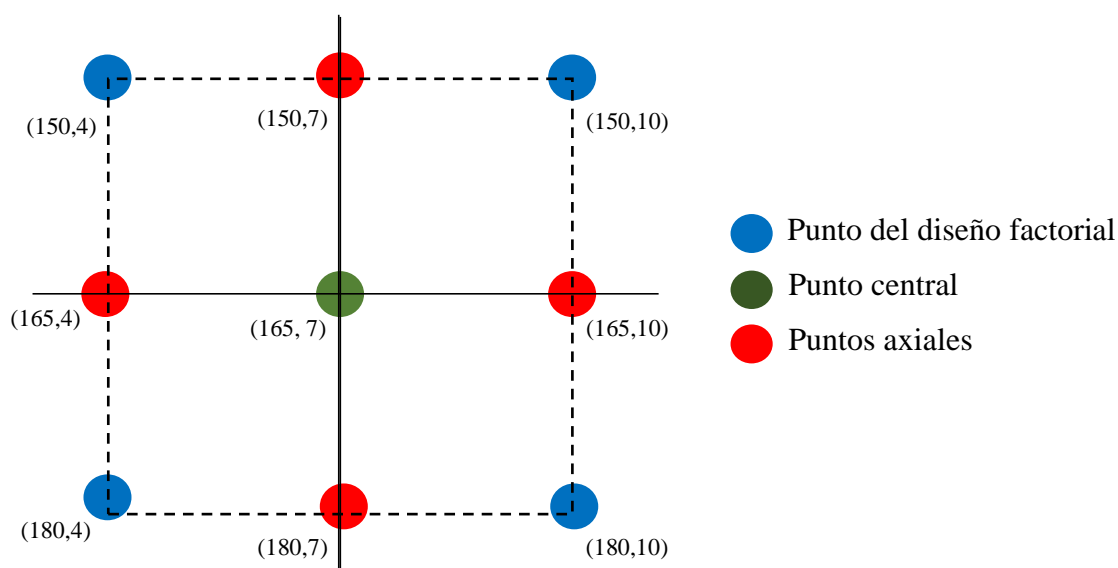


Figura 4. Grafica de los puntos experimentales del DCC para el secado por atomización (*Spray Drying-SD*) del mucílago de nopal.

Rendimiento del biopolímero de nopal deshidratado por atomización

El rendimiento de polvos secos obtenidos se determinó gravimétricamente (2 g de muestra para cada tratamiento), de acuerdo a la metodología propuesta por León-Martínez et al. (2010) con la siguiente relación:

$$y = \frac{(PV_2 - PV_1) - X_{bh}(PV_2 - PV_1)}{V_M S_T} \times 100. \dots \dots \dots (Ecuación 1)$$

Donde, y es rendimiento del polvos en % en base peso seco, PV_2 es el peso del vaso + el peso en polvo en g, PV_1 es el peso del vaso en g, S_T son los sólidos totales en g/L, V_M es el volumen alimentado de mucilago en L, X_{bh} es el contenido de humedad del polvo en base húmeda.

$$S_T(\text{g/L}) = \left(\frac{P_2 - P_1}{V}\right) \times 1000. \dots \dots \dots (Ecuación 2)$$

En donde, P_2 es la masa de la cápsula con residuo seco en g, P_1 es la masa de la cápsula con la cama de gasa en g, V es el volumen de la muestra en mL.

b. Secado por liofilización (*Freeze drying-FD*)

El extracto obtenido bajo condiciones óptimas se concentró a 10 °Brix y se deshidrató en un liofilizador (Shin Bio Base-model. N°: FD5508, serial N°: LL3121). El secado se llevó a 100 mtorr (0,133 mbar) de vacío con una temperatura de secado programado a -55 °C.

Rendimiento del biopolímero de nopal deshidratado por liofilización

El rendimiento de polvos secos obtenidos por liofilización se determinó mediante las ecuaciones 1 y 2 mencionadas anteriormente.

Objetivo 3. Caracterizar física y químicamente el biopolímero de nopal en polvo

El extracto acuoso de mucilago obtenido bajo condiciones óptimas se sometió a secado por atomización a temperatura del aire de entrada al secador 166,4 °C y contenido de sólidos solubles de 4 °Brix que correspondió al tratamiento óptimo de acuerdo a la Metodología de Superficie de Respuestas y secado por liofilización. Estos polvos de mucilago se caracterizaron de acuerdo a los siguientes parámetros:

1. Solubilidad

La solubilidad se determinó de acuerdo al método de Cano-Chauca et al. (2005), se diluyó la muestra en polvo al 1 % con agua destilada en un homogenizador (Ultra-turrax IKA®-T18 basic, Brasil) y se centrifugó a 3000 rpm durante 5 min a 25 °C. Posteriormente se transfirió una alícuota de 25 mL del sobrenadante a una placa y se secó en estufa a 105 °C durante 5 h. Por último la solubilidad se calculó por diferencia de pesos y se expresó en porcentaje (%).

2. Actividad de agua (a_w)

Se determinó en un equipo Rotronic Instrument Cop. Modelo Higrolab 2 (Alemania). Método propuesto por León-Martínez et al. (2010).

3. Humedad (%)

La humedad del biopolímero deshidratado se determinó de acuerdo con el método de la AOAC (1996).

4. Capacidad de Hinchamiento (CH)

Se determinó según al método de Femenia et al. (1997). El biopolímero de nopal en polvo (1 g) se colocó en un tubo falcon graduado de 15 mL, se añadieron 10 mL de Buffer fosfato 1 M, pH 6,3 y se agitó la suspensión. Después del equilibrio (24 h), el volumen se registró y se expresó en mL/g de muestra seca.

5. Color

Se determinaron los parámetros de color (L, a*, b*, C* y h°) en un espectrofotómetro Ultra Scan Pro (Hunter SA.), de acuerdo al método descrito por Vergara et al. (2014).

6. Higroscopicidad

Se determinó de acuerdo al método descrito por Cai y Corke (2000). Se pesó 1 g de biopolímero en polvo, se colocó en un desecador sellado herméticamente con una solución saturada de cloruro de sodio a 25 °C. Después de una semana se pesó la muestra y el resultado se expresó en g de humedad por 100 g sólidos secos (g/100g.)

7. Reología interfacial

Las mediciones se llevaron a cabo en un tensiómetro dinámico de gota (Tracker, IT-Concept, Saint-Clement Places, France) a temperatura ambiente (19 ± 3 °C). Se determinaron las propiedades superficiales de dilatacional E (módulo dilatacional) y su elástico (Ed) y viscoso (Ev) componentes en la interfaz solución de biopolímero de nopal deshidratado – aceite, la solución del biopolímero de nopal deshidratado por liofilización y atomización (tratamiento T2) fueron diluidas en buffer fosfato 0,1 M, a pH 7,0 en concentraciones al 1 %. Una gotita de aceite fue agregada desde la punta de un tubo capilar de curva (PS20) conectado a una jeringa de 250 μ L a una cubeta de cuarzo que contiene 7mL de la solución de biopolímero de nopal prepara. El método empleado consistió en someter la gota a una compresión-expansión sinusoidal controlada automáticamente, a la frecuencia y amplitud deseadas (Lucas sen-Reynders, 1993).

8. Capacidad emulsificante y estabilidad de las emulsiones

Se prepararon emulsiones de aceite con biopolímero de nopal (diluido al 1 % en agua) en una relación de 1:19 (v/v). La solución de biopolímero de nopal fue una dispersión de biopolímero de nopal deshidratado por liofilización y atomización (tratamiento T2) al 1 % en disolución de buffer fosfato 0,1 M, a pH 7,0 manteniendo constante la fuerza iónica. Las emulsiones se prepararon a temperatura ambiente (19 ± 3 °C) con un homogenizador de alta velocidad Ultra-turrax T25 (IKA-Labortechnik, GmbH and Co., Staufen, Alemania), con el rotor S25 N-10 G a 20.000 rpm durante un minuto.

La estabilidad global de las emulsiones se analizó usando un analizador óptico vertical (Turbiscan Classic MA2000, Formulacion, Toulouse, France). Las emulsiones recientemente preparadas se colocaron en una celda cilíndrica de vidrio (80 mm) a fin de registrar los perfiles de retrodispersión (RD %), en función de la altura en la celda. Se realizó el estudio de las cinéticas de cremado y desestabilización de las emulsiones mediante la medida de (RD %) cada minuto durante 60 minutos y una medida a las 24 horas.

Los datos de RD_{10} se ajustaron a una ecuación de segundo orden bifásica (Panizzolo, 2014) (Ecuación 3), la que permite determinar la estabilidad frente al cremado a través de la disminución de los valores promedio de la retrodispersión en la parte inferior a una altura de 10 mm (RD_{10}) desde la base del tubo.

Los datos de RD_{10} se ajustaron a una ecuación de segundo orden bifásica citada por Panizzolo (2014) (Ecuación 3), la que permite determinar la estabilidad frente al cremado a través de la disminución de los valores promedio de la retrodispersión en la parte inferior a una altura de 10 mm (RD_{10}) desde la base del tubo.

$$RD_{(t)} = \frac{RD_1}{(RD_1 k_1 t + 1)} + \frac{RD_2}{(RD_2 k_2 t + 1)} \dots \dots \dots (Ecuación 3)$$

Siendo k_1 y k_2 las constantes de velocidad de desestabilización por cremado y RD_1 y RD_2 los parámetros de amplitud correspondientes a cada una de las cinéticas, tales que $RD_1 + RD_2 = RD_i$, RD_i : es el valor de RD inicial. k_1 y RD_1 corresponden a las gotas más pequeñas que son las que creman más lentamente y k_2 y RD_2 corresponden a las gotas de mayor tamaño que son las que creman más rápido, según lo predicho por la ley de Stokes.

Los valores de k_1 , k_2 , RD_1 y RD_2 fueron estimados mediante regresión por cuadrados mínimos.

La desestabilización global de las emulsiones se estudió mediante el cambio de los valores promedio de retrodispersión en la zona 70-73 mm (RD_{p70-73}) en función del tiempo y el cálculo de D (%) (Panizzolo et al., 2012) según la expresión:

$$D(\%) = \frac{(RD_{p\ max} - RD_{p\ 24})}{RD_{p\ max}} \times 100 \dots \dots \dots (Ecuación 4)$$

Donde D (%): grado de desestabilización global, $RD_{p\ max}$.: promedio del máximo valor de retrodispersión en el tiempo en un intervalo determinado y RD_{p24} : promedio del valor de retrodispersión a 24 horas en un intervalo determinado.

9. Viscosidad

La medición de los parámetros reológicos se realizó a soluciones de biopolímero de nopal secado por liofilización y atomización a una concentración de 4 %, con un reómetro Discovery HR- 2 (TA-Instruments, Etten-Leur) con una geometría de medición cono-placa (diámetro del cono: 60 mm, ángulo de cono: 1°, truncamiento: 27 m), a una temperatura de 18 °C. Todos los datos reológicos experimentales se obtuvieron directamente desde el software de análisis de datos “TA Instruments Trios v3.3.0.4055 software”.

Los datos experimentales de soluciones del biopolímero de nopal se analizaron utilizando el modelo de Ostwald-de Waele (Ley de la potencia) expresada a través de:

$$\tau = \kappa \gamma^n \quad \text{o} \quad \Pi = \kappa \gamma^{n-1} \dots \dots \dots (Ecuación 5)$$

Donde Π es la viscosidad de corte (Pa.s), γ los esfuerzos de corte (s^{-1}), κ es el índice de consistencia (Pa.sⁿ), y n es el índice de comportamiento de flujo (adimensional). Este modelo ha sido utilizado extensamente para modelar procesos de polímeros (Makosko, 1994).

Análisis estadístico

Las condiciones óptimas de extracción y secado por atomización del biopolímero de nopal se obtuvieron mediante la Metodología de Superficie Respuesta (MSR). El programa que se empleó para los análisis de datos fue Statgraphics Centurión XVI.I.

Los resultados de las características físicas y químicas, fueron analizados mediante ANOVA a un nivel de significancia de $p < 0,05$. El software estadístico utilizado para el análisis fue InfoStat versión 2008.

RESULTADOS

Extracción acuosa del biopolímero de nopal

A continuación se presentan los datos de la optimización de la extracción acuosa del biopolímero de nopal.

Rendimiento de la extracción del biopolímero de nopal

El Cuadro 5, muestra las condiciones experimentales y la variable de respuesta (% rendimiento) para la extracción del biopolímero de nopal. Se observó que los valores del factor temperatura presentaron diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$) (Apéndice I); observándose un incremento del rendimiento al aumentar la temperatura, en donde los tratamientos T6 y T8 presentaron los mínimos y máximos rendimientos respectivamente. Por otro lado, se observó que la relación (paleta/agua) presentó diferencias estadísticamente significativas en el contenido de sólidos solubles ($^{\circ}$ Brix) (Anexo 3).

Cuadro 5. Condiciones experimentales y rendimiento (%) para el diseño Composito Central aplicado en el proceso de extracción.

Tratamientos	Variables Independientes		Variable Respuesta
	Temperatura ($^{\circ}$ C)	Relación (paleta/agua)	Rendimiento (%)
T1	70	1/3	0,55 \pm 0,03
T2	70	1/9	0,61 \pm 0,02
T3	90	1/3	0,65 \pm 0,03
T4	90	1/9	0,66 \pm 0,02
T5	80	1/3	0,58 \pm 0,03
T6	70	1/6	0,49 \pm 0,01
T7	80	1/9	0,69 \pm 0,06
T8	90	1/6	0,83 \pm 0,04
T9	80	1/6	0,74 \pm 0,01
T10	80	1/6	0,77 \pm 0,01
T11	80	1/6	0,65 \pm 0,04

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3).

Se consideró la forma lineal, cuadrática y la interacción para las variables independientes estudiadas a un nivel $p < 0,05$ (Apéndice II). El criterio general para determinar el ajuste de la variable respuesta fue el coeficiente de determinación (R^2 – ajustado). Solamente la temperatura de extracción tuvo un efecto significativo sobre el rendimiento de extracción. El modelo explicó el 81,1 % de la variabilidad en el rendimiento.

En la Figura 5, se muestra el gráfico de superficie respuesta del Diseño Composito Central para la extracción del mucílago de nopal. Las condiciones óptimas para maximizar el rendimiento fueron una relación paleta/agua de 1/6,8 y una temperatura de 89,7 $^{\circ}$ C. Las condiciones óptimas se comprobaron realizando 7 repeticiones experimentales y se obtuvo un rendimiento de 1 % (Cuadro 6).

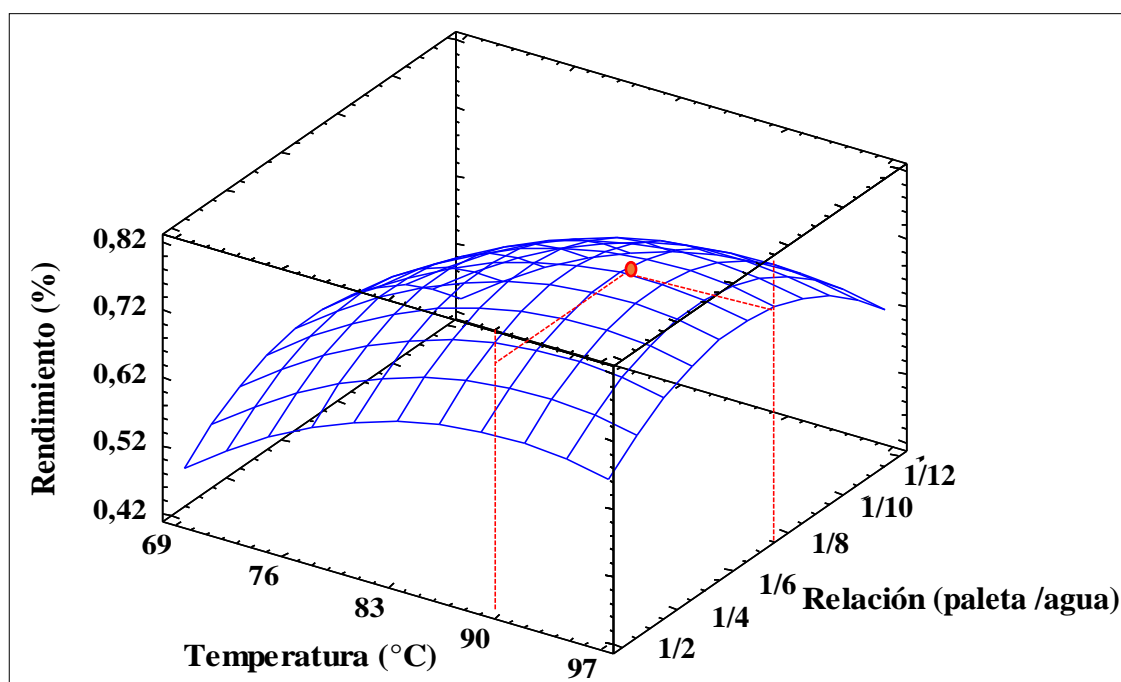


Figura 5. Superficie de respuesta para el Diseño Composito Central aplicado al proceso de extracción en diferentes condiciones de temperatura y relación (paleta/agua).

Cuadro 6. Rendimiento óptimo esperado de la extracción del biopolímero de nopal.

n	Óptimo		
	Temperatura (°C)	Relación (paleta/agua)	Rendimiento (%)
7	89,7	1/6,8	1,00 ± 0,15

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=7).

Optimización y evaluación del proceso de secado por atomización y liofilización del biopolímero de nopal que proporciona una mayor solubilidad de este

Los dos tipos de secado (liofilización y atomización) se realizaron con el extracto de mucilago de nopal extraído en el sistema acuoso bajo las condiciones óptimas de temperatura 89,7 °C y relación paleta/agua (1/6,8).

a. Secado por atomización (*Spray Drying-SD*)

El Cuadro 7, muestra el rendimiento de los polvos de biopolímero secados por atomización para cada uno de los experimentos del diseño, donde se observó que los valores del factor contenido de sólidos solubles presentaron diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$) sobre el rendimiento (Apéndice III); sugiriendo que cuando la contenido de sólidos solubles es menor (4 – 7 °Brix) se obtiene un mayor rendimiento. Sin embargo, no se observó diferencias estadísticamente significativas en cuanto a la temperatura del aire de entrada al secador sobre el rendimiento.

Para el análisis del modelo, se consideró la forma lineal, cuadrática y la interacción para las variables independientes estudiadas a un nivel ($p < 0,05$) (Apéndice IV). El criterio general para determinar el ajuste de la variable respuesta fue el coeficiente de determinación (R^2 – ajustado). El modelo explicó un 79,05 % de la variabilidad en el Rendimiento.

Cuadro 7. Rendimiento del biopolímero de nopal en polvo.

Tratamientos	Temperatura (°C)	Contenido de sólidos solubles (°Brix)	Rendimiento (%)
T1	180	4	55,86 ± 0,61
T2	180	7	16,61 ± 1,46
T3	180	10	10,36 ± 1,15
T4	165	4	57,51 ± 1,29
T5	165	10	21,41 ± 2,15
T6	150	4	36,04 ± 0,37
T7	150	7	56,65 ± 4,82
T8	150	10	11,20 ± 0,12
T9	165	7	48,64 ± 4,46
T10	165	7	49,62 ± 4,49
T11	165	7	47,56 ± 4,31

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3).

La Figura 6 muestra el gráfico de superficie de respuesta del Diseño Composito Central para el secado por atomización, donde el factor contenido de sólidos solubles tuvo mayor relevancia, indicando que para maximizar el rendimiento en el secado, el contenido de sólidos solubles del biopolímero de nopal fue de 4 °Brix a una temperatura de 166,4 °C.

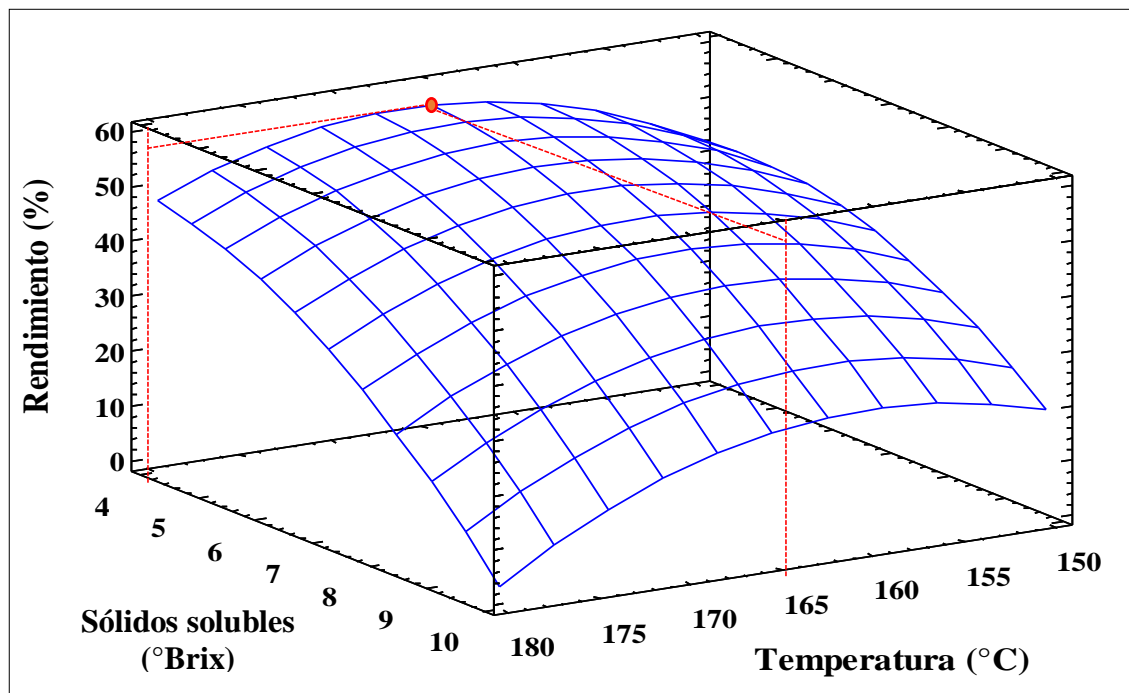


Figura 6. Superficie de respuesta para el Diseño Composito Central aplicado al proceso de secado por Atomizado (SD).

Por otro lado, el Cuadro 8 muestra el rendimiento óptimo con los factores óptimos de temperatura del aire de entrada al secador (166,4 °C) y contenido de sólidos solubles (4 °Brix), el cual se comprobó realizando 3 repeticiones experimentales obteniéndose un rendimiento óptimo de 59,6 % según la ecuación 1 y 2.

Cuadro 8. Rendimiento óptimo del secado por atomización del biopolímero de nopal.

Óptimo			
n	Temperatura (°C)	Contenido de sólidos solubles (°Brix)	Rendimiento (%)
3	166,4	4,0	59,6 ± 0,12

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3).

b. Secado por Liofilización (*Freeze drying-FD*)

El Cuadro 9, muestra las condiciones referenciales de contenido de sólidos solubles y rendimiento calculado por la ecuación 1 y 2.

Cuadro 9. Rendimiento del biopolímero de nopal en polvo obtenido por liofilización (*Freeze drying-FD*).

n	Contenido de sólidos solubles (°Brix)	Rendimiento (%)
3	10,00 ± 1,13	92,52 ± 2,17

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3).

Características físicas y químicas del biopolímero de nopal secado por atomización y liofilización

En los Cuadros 10 y 12, se muestran las características físicas y químicas de los polvos del biopolímero de nopal secado por liofilización y atomización respectivamente. Las micropartículas atomizadas fueron caracterizadas bajo las condiciones óptimas de temperatura del aire de entrada al secador y contenido de sólidos solubles (Cuadro 8). Sin embargo, algunas características como la viscosidad, reología interfacial, capacidad emulsificante y estabilidad de las emulsiones fueron determinadas en otros tratamientos (Cuadro 11 y 13), según lo indicado en la metodología.

En el Cuadro 10 se presentan las características físicas y químicas del biopolímero de nopal secado por liofilización (*FD*).

Cuadro 10. Características físicas y químicas del biopolímero de nopal en polvo secado por liofilización.

Características	$\bar{X} \pm$ DS
Solubilidad (%)	82,40 ± 2,50
Actividad de agua	0,21 ± 0,02
Humedad (%)	11,90 ± 0,55
Capacidad de Hinchamiento (mL/g)	5,93 ± 0,87
Higroscopicidad (g H ₂ O/100 g sólidos secos)	44,52 ± 0,82
Parámetros de Color CIELab:	
L	75,46 ± 1,63
a*	-1,07 ± 0,18
b*	12,94 ± 1,13
C*	12,99 ± 1,13
h°	94,71 ± 0,70

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3). L, luminosidad; C*, croma; h°, tono.

En el Cuadro 11 se presentan las características reológicas, parámetros de viscosidad y capacidad de emulsión para el secado por liofilización (*FD*).

Cuadro 11. Características reológicas, parámetros de viscosidad y capacidad de emulsión para el biopolímero de nopal secado por liofilización.

Características	$\bar{X} \pm DS$
Viscosidad (parámetros del modelo de Ostwald-de Waele):	
K (Pa.s ⁿ)	0,13 ± 0,01
n	0,61 ± 0,01
r ²	1,00 ± 0,00
Reología interfacial:	
E (mN/m)	16,10 ± 1,20
E _d (mN/m)	15,70 ± 1,10
E _v (mN/m)	1,40 ± 0,20
Capacidad emulsificante y estabilidad de las emulsiones:	
RD _i	19,24 ± 2,90
D (%)	66,00 ± 0,40

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3). K (Pa.sⁿ) índice de consistencia; n, índice de comportamiento de flujo; r², coeficiente de determinación; E (mN/m), módulo dilatacional; E_d (mN/m), módulo elástico; E_v (mN/m), módulo viscoso; RD_i, variación de Retro Dispersión; D (%) Desestabilización.

En el Cuadro 12 se presentan las características físicas y químicas del biopolímero de nopal secado por atomización (*SD*).

Cuadro 12. Características físicas y químicas del biopolímero de nopal en polvo secado por atomización.

Características	$\bar{X} \pm DS$
Solubilidad (%)	84,30 ± 3,35
Actividad de agua	0,15 ± 0,01
Humedad (%)	9,45 ± 0,21
Capacidad de Hinchamiento (mL/g)	1,42 ± 0,48
Higroscopicidad (g H ₂ O/100 g sólidos secos)	42,74 ± 0,77
Parámetros de Color CIELab:	
L	83,65 ± 1,28
a*	-0,37 ± 0,87
b*	7,14 ± 1,34
C*	7,19 ± 1,33
h°	92,90 ± 7,21

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3). L, luminosidad; C*, croma; h°, tono.

En el Cuadro 11 se presentan las características reológicas, parámetros de viscosidad y capacidad de emulsión para el secado por atomización (SD).

Cuadro 13. Características reológicas, parámetros de viscosidad y capacidad de emulsión para el biopolímero de nopal secado por atomización.

Características	$\bar{X} \pm DS$
Viscosidad (parámetros del modelo de Ostwald-de Waele):	
K (Pa.s ⁿ)	0,01 ± 0,01
n	0,92 ± 0,01
r ²	1,00 ± 0,01
Reología interfacial:*	
E (mN/m)	11,70 ± 1,10
E _d (mN/m)	11,60 ± 1,10
E _v (mN/m)	1,50 ± 0,20
Capacidad emulsificante y estabilidad de las emulsiones:*	
RD _i	11,82 ± 1,40
D (%)	50,00 ± 1,80

Los valores corresponden al promedio $\bar{X} \pm$ desviación estándar DS (n=3). K (Pa.sⁿ) índice de consistencia; n, índice de comportamiento de flujo; r², coeficiente de determinación; E (mN/m), módulo dilatacional; E_d (mN/m), módulo elástico; E_v (mN/m), módulo viscoso; RD_i, variación de Retro Dispersión; D (%) Desestabilización.

* Datos analizados del tratamiento T2 del biopolímero de nopal secados por Atomización.

DISCUSIÓN

Optimización del proceso de extracción acuosa del biopolímero de nopal

Uno de los factores que afectó la extracción del biopolímero de nopal fue la temperatura puesto que el mayor rendimiento se obtuvo en el tratamiento T8 (90 °C) obteniendo un rendimiento de 0,83 %. Sin embargo, la relación paleta/agua, no presentó un efecto significativo sobre el rendimiento. Este comportamiento está de acuerdo con lo señalado por León-Martínez et al. (2010) quienes trabajaron con extracciones acuosas de mucílago de nopal a temperaturas de 80 y 86 °C obteniendo un rendimiento de 0,70 y 0,86 %, respectivamente. Por otro lado, Sepúlveda et al. (2007), reportaron que la relación paleta/agua y la temperatura no tuvieron un efecto sobre el rendimiento. Sin embargo, encontraron pequeños aumentos en el rendimiento al aumentar dichas variables (temperatura y relación paleta/agua).

Asimismo, la metodología de Superficie de Respuesta se aplicó con el fin de optimizar las condiciones de temperatura y relación paleta/agua, obteniendo un rendimiento óptimo de 1 % bajo las condiciones óptimas de temperatura (89,7 °C) y relación paleta/agua (1/6,8). Superando así los rendimientos obtenidos por otros autores sin el uso de solventes (León-Martínez et al., 2010; García - Cruz et al., 2013).

Optimización y evaluación del proceso de secado por atomización y liofilización del biopolímero de nopal que proporciona la mayor solubilidad

En cuanto a los resultados del rendimiento obtenido durante el proceso de secado por atomización del biopolímero de nopal, se observó que los mayores rendimientos se obtuvieron con los menores contenidos de sólidos solubles (4 - 7 °Brix). Estos resultados fueron congruentes con lo reportado por León-Martínez et al. (2010); Obón et al. (2009) y García (2011), quienes observaron máximos rendimientos al utilizar bajos contenidos de sólidos solubles. Asimismo, Oomah y Mazza (2001), mencionan que el alto contenido de sólidos solubles dificulta el secado debido a la alta viscosidad del flujo, esto también produce un aumento de pegajosidad y disminuye el rendimiento de los polvos.

Por otro lado, se observó que la temperatura no es importante para obtener los máximos rendimientos, lo cual fue similar a lo reportado por diversos autores quienes obtuvieron un máximo rendimiento con bajas y altas temperaturas en biopolímero de nopal (León-Martínez et al., 2010) y pulpas de tuna (Obón et al., 2009; García, 2011; Otálora et al., 2015; Vergara et al., 2014).

Analizando la Figura 6, de Superficie Respuesta de las condiciones óptimas del secado por atomización, el contenido de sólidos solubles (4 °Brix) y la temperatura de aire de entrada al secador fue de 166,4 °C, en cual se obtuvo un rendimiento óptimo de 59,6 %. Estos valores fueron cercanos a lo reportados por León-Martínez et al. (2010) y Farías-Cervantes et al. (2016) quienes obtuvieron 67,47 % y 40,00 % respectivamente. Sin embargo, estas diferencias pueden atribuirse a la menor temperatura de secado (130 °C y 110 °C) utilizadas, provocándose así una menor degradación térmica del biopolímero de nopal.

Características físicas y químicas del mucílago de nopal en polvo (secado por liofilización y atomización)

Los polvos del biopolímero de nopal, llegaron a presentar una solubilidad de 82,58 % y 84,27 %, para el secado por liofilización (FD) y atomización (SD) respectivamente. Sin embargo, no hay datos reportados en cuanto a la solubilidad en biopolímero de nopal. Otros polvos de jugo de mango y chirimoya, Cano-Chauca et al. (2005) y Rivas (2010), presentaron solubilidades del 90 % y 79 %, respectivamente. Esto podría atribuirse principalmente a las propiedades hidrosolubles de las partículas y a los sólidos amorfos en ambos tipos de secado (Yu, 2001). Una alta solubilidad permitirá su aplicabilidad en productos reconstituídos de matriz acuosa.

En lo que respecta a la actividad de agua (a_w) fue de 0,21 para FD y 0,15 para SD, siendo más baja en el secado por atomización que por liofilización. Sin embargo, estos valores están por debajo del máximo recomendado (0,60) para prevenir la descomposición microbiana de los alimentos, esto beneficia a la vez estabilidad de los polvos, debido a que el agua está menos disponible para que ocurran reacciones químicas (Queck et al., 2007). Se ha encontrado en otros estudios relacionados con polvos de biopolímero de nopal con 0,18 de actividad de agua (Farías-Cervantes et al., 2016) y de *Aloe vera* secados por atomización (Cervantes-Martínez et al., 2014).

La capacidad de hinchamiento del biopolímero de nopal secado por liofilización fue mayor que el secado por atomización; similares resultados fueron observados por Sáenz et al. (2003), de 6,5 mL/g para el biopolímero de nopal liofilizado. Estas diferencias encontradas de la capacidad de hinchamiento podrían atribuirse a los diferentes tipos de extracción y secado. Por ejemplo, Femenia et al. (1997) observaron que el secado por atomización de coliflor a temperaturas altas de 75 °C presentó una menor capacidad de hinchamiento que a temperatura de 40 °C. Sin embargo, Walton y Mumford (1999) mencionan que por lo general el incremento de la temperatura de entrada al secador del atomizador resulta en la formación de grandes partículas, las cuales se relacionan con un alto hinchamiento.

El contenido de humedad del biopolímero de nopal deshidratado, resultó menor en el secado por atomización (SD) que por liofilización (FD), datos similares han sido observados por otros autores como León-Martínez et al. (2010) para secado por atomización del mucílago de nopal y por Garcia (2011) para el mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*), lo que asegura la estabilidad del producto (Medina torres et al., 2013; Cervantes-Martínez et al., 2014). A temperaturas más altas en SD, existe un gradiente de temperatura mayor entre la temperatura del medio de secado (aire) y las partículas, lo que resulta una gran fuerza para remover el agua, produciendo polvos con menor contenido de humedad (Tonon et al., 2008; Obón et al., 2009). De la misma forma Chegini y Ghobadian (2007) y León Martínez et al. (2010) reportaron que el menor contenido de humedad es obtenido con altas temperaturas de salida del secador.

Los parámetros del color, representados por L (luminosidad), C* (croma, h° (tono), a* y b*, muestran que el biopolímero de nopal secado por liofilización es de color amarillo bajo claro; con un alto valor del parámetro L, y en cuanto a C* que es el aporte de los parámetros a* y b*, se observó una mayor contribución del parámetro b* que está asociado al color amarillo; en el parámetro h° o tono, que es lo que el ojo humano observa, no hubo diferencias significativas entre ambos tipo de secado. En comparación al secado

por liofilización el biopolímero de nopal secado por atomización, presenta un color crema blanquecino, con una mayor luminosidad y menor C^* . Estos parámetros de color fueron similares a lo reportado por Sepúlveda et al. (2007) quienes secaron el biopolímero de nopal en una estufa a vacío a 70 °C.

La higroscopicidad de los polvos fue de (44,52 g/100 g) para FD y (42,74 g/100 g) para SD, no presentando diferencias estadísticamente significativas, siendo alta para ambos tipos de polvo, datos mayores (51,92 g/100g) fueron observados por Farías-Cervantes et al. (2016) quienes secaron el biopolímero de nopal por atomización; por otro lado Vergara et al. (2014) observaron valores algo mayores (49,7 g/100g) en micropartículas de pulpa de tuna (fruta) utilizando Capsul mediante secado por atomización. Por otro lado Ribeiro et al. (2016) quienes liofilizaron jugo de fruta (acerola) generando polvos con baja higroscopicidad (5,96 g/100 g) afirman que polvos con alta higroscopicidad tienden a aglomerarse debido a su naturaleza hidrofílica. En general, los polvos liofilizados presentan una higroscopicidad elevada, ya que cuando el agua está presente se establecen enlaces de hidrógeno con los solutos que al sublimar quedan disponibles, por lo que serán susceptibles de captar moléculas de agua durante el almacenamiento (Phanindrakumar et al., 2005). Además, un producto higroscópico tiene la capacidad de absorber agua en un ambiente con humedad relativa mayor que la del equilibrio (Jaya y Das, 2004; Carlos et al., 2005).

Respecto a la reología interfacial según los resultados, el módulo elástico (E_d) es el que predomina sobre el módulo viscoso (E_v) en ambos tipos de secado (FD y SD) y es prácticamente igual al módulo dilatacional superficial (E). La viscosidad superficial disminuye las distorsiones mecánicas que de lo contrario podrían causar un colapso de la espuma. Pero también una película estable requiere superficies elásticas para evitar la ruptura de la película (Stubenrauch y Miller, 2004). Por lo tanto, ambos efectos son importantes para estabilizar las espumas. FD tuvo la más alta en E y E_d con respecto al SD, sin embargo E_v fueron estadísticamente similares para ambos tipos de secado, indicando que en este caso hay una película más fuerte, lo que podría explicar la mayor estabilidad de las espumas preparadas con el biopolímero de nopal (Abirached et al., 2012). En general, se puede afirmar que el mucílago de nopal secado por liofilización es bastante elástico con una diferencia marcada con respecto al secado por atomización, hasta donde conocemos, no existen estudios previos de reología interfacial en mucílago de nopal.

Se puede observar que RD_i de las emulsiones formadas con biopolímero de nopal secado por atomización son menores con respecto a la emulsión de biopolímero de nopal secado por liofilización. Estos valores de RD_i estarían vinculados con el volumen de la fracción de gotas y el tamaño medio de las gotas de la emulsión en función de la altura del dispositivo de medida, de modo que al aumentar el volumen de la fracción de gotas y disminuir el tamaño medio de las gotas, aumenta RD_i (Abismaíl et al., 2000). Como en esta investigación el volumen de la fracción de gotas es constante en todas las emulsiones, implicaría un tamaño medio de gotas menor (mayor número de gotas presentes) para las emulsiones de secado por atomización. Por otro lado, los resultados de D , desestabilización (%) fueron coherentes con el RD_i , ya que las emulsiones preparadas con biopolímero de nopal secado por atomización fueron más estables que las preparadas con biopolímero de nopal secado por liofilización. Esto se debe probablemente al tamaño de partículas debido al tipo de secado a la cual fue sometido el biopolímero, y a que el tratamiento térmico recibido por las proteínas durante la atomización pudo haber afectado

sus propiedades interfaciales. La tendencia de las gotas a coalescer durante la homogenización, depende además, de la efectividad de la membrana interfacial a resistir la coalescencia durante la colisión de las gotas. Esta resistencia dependería de la concentración de moléculas de emulgente presente, así como de su estructura y propiedades físicas y químicas (dimensión y carga eléctrica) (Schubert y Armbruster, 1992). Sin embargo, se puede decir que la mayoría de las moléculas de proteínas adsorbidas son capaces de formar una red en la interfase, propiedad que depende del tipo de proteína presente. Sin embargo, y a pesar que el contenido proteico del biopolímero de nopal es bajo, entre 6 a 7,9 % (Sepúlveda et al., 2007) podría afectar también a las emulsiones preparadas.

Las muestras de mucilago de nopal deshidratado en solución al 4,0 % p/v, independiente del tipo de secado al que fue sometido (liofilización y atomización) mostraron un comportamiento reológico no newtoniano. Este comportamiento ha sido observado por otros autores como Cárdenas et al. (1997) y Medina-Torres et al. (2000), quienes encontraron un aumento en pseudoplasticidad que se corresponde con un aumento en la concentración de mucilago, así como una clara dependencia de la viscosidad de la fuerza iónica y el pH. En cuanto, al índice de consistencia (K) se observó que fue mayor en el secado por liofilización que en el secado por atomización; sin embargo, en este último fue mayor el índice de comportamiento de flujo (n). Similares resultados fueron observados por León-Martínez et al. (2011) en muestras de mucilago de nopal al 1 % p/v, quienes mencionaron que el índice de comportamiento de flujo (n) en secado por liofilización muestra un comportamiento reductor de cizalla (pérdida de viscosidad) más pronunciada que el secado por atomización. Estos resultados indicarían que las propiedades reológicas del biopolímero de nopal dependen del tipo de secado (atomizado o liofilizado), así como de sus condiciones de secado que afectan la estructura molecular. Asimismo, observaron que los bajos valores de las propiedades de viscosidad obtenidas al secar por atomización, pueden atribuirse a la degradación térmica de los polisacáridos presentes (la alta temperatura de secado y el pH ácido < 6 de biopolímero fresco en la alimentación), lo cual podría causar una hidrólisis parcial generando de este modo moléculas más pequeñas (León - Martínez et al., 2011).

CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados de este estudio, se acepta parcialmente la hipótesis, puesto que en la extracción acuosa la temperatura de extracción es una variable importante, no así la relación paleta /agua.

En el proceso de extracción, existe una relación lineal entre temperatura y rendimiento, es decir a mayor temperatura hay un mayor rendimiento.

Respecto a las condiciones del proceso de secado por atomización, este se ve afectado por los sólidos solubles, independiente de la temperatura del aire de entrada al secador.

Los polvos obtenidos por secado por atomización se caracterizan por presentar menor actividad de agua y humedad en comparación al secado por liofilización, favoreciendo así su estabilidad en el almacenamiento. Por otro lado, la solubilidad e higroscopicidad de los polvos de biopolímero de nopal, no presentan diferencias estadísticas, mostrando alta solubilidad tanto en el secado por liofilización como por atomización.

LITERATURA CITADA

- Abismaïl, B.; J. P. Canselier; A. M. Wilhelm; H. Delmas and C. Gourdon. 2000. Emulsification processes: online study by multiple light scattering measurements, *Ultrason. Sonochem.*, 7: 187-192.
- Abirached C.; C. A. Medrano; A. C. Araujo; P. Moyna; M. C. Añón and L. A. Panizzolo. 2012. Comparison of Interfacial and Foaming Properties of Soy and Whey Protein Isolates. *Journal of Food Science and Engineering* 2:376-381.
- AOAC. 1996. Official methods of analysis of AOAC International (16th ed.). Gaythersburg, USA.
- Cai Y. Z. and H. Corke. 2000. Production and Properties of Spray-dried AmaranthusBetacyanin Pigments. *Sensory and Nutritive Qualities of Food*, 65(3600): 1248–52.
- Cano-Chauca, Milton, P. C.; A. M. Stringheta; Ramos and J. Cal-Vidal. 2005. Effect of the Carriers on the Microstructure of Mango Powder Obtained by Spray Drying and Its Functional Characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(4):420–28.
- Cárdenas, A.; I. Higuera-Ciapara and F. M. Goycoolea. 1997. Rheology and aggregation of Cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage in solution. *Centro de Investigación en alimentos y Desarrollo A.C.*, 152 -157.
- Ceballos A. M.; G. I. Giraldo and C. E. Orrego. 2012. Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. *Journal of Food Engineering*, 111: 360–365.
- Carlos, L. de A.; J. V. de. Resende and J. Cal-Vidal, 2005. Redução da higroscopicidade de pós liofilizados pela indução da cristalização em soluções-modelo de açúcares constituintes de frutas. Brazilian. *Journal of Food Technology*, 8:163-173.
- Cervantes-Martínez, C. V.; L. Medina-Torres; R. F. González-Laredo; F. Calderas; G. Sánchez-Olivares; E. E. Herrera-Valencia and J. Rodríguez-Ramírez. 2014. Study of spray drying of the Aloe vera mucilage (*Aloe vera barbadensis* Miller) as a function of its rheological properties. *LWT - Food Science and Technology*, 55(2): 426-435.
- Chegini, G. R. and B. Ghobadian. 2007. Spray dryer parameters for fruit juice drying. *World Journal of Agricultural Sciences*, 3(2): 230–236
- Fangz, Z. and B. Bhandari. 2010. Encapsulation of polyphenols a review. *Trends in Food Science and Technology*, *Trends Food Sci. Technol.* 21: 510–523
- Fariás-Cervantes V. S., A. Chávez-Rodríguez; E. Delgado-Licon; J. Aguilar; H. Medrano-Roldan, and I. Andrade-González 2016. Effect of Spray Drying of Agave Fructans, Nopal Mucilage and Aloe Vera Juice. *Journal of Food Processing and Preservation*, 0.

Femenia, A.; A. Lefebvre; J. Thebaudin; J. A. Robertson and C. Bourgeois 1997. An Hypothesis Paper Physical and Sensory Properties of Model Foods Supplemented with Cauliflower Fiber. *Journal of Food Science*, 62(4): 635–639.

García, E. 2011. “Optimización del secado por aspersión de mucílago de pitahaya (*Hylocereus undatus*) en función de sus propiedades reológicas”. Memoria de tesis Magister. Especialidad en Ingeniería. Instituto Politécnico Nacional. 80h.

García-Cruz, E. E; J. Rodríguez-Ramírez; L. L. Méndez Lagunas and L. Medina-Torres. 2013. Rheological and physical properties of spray-dried mucilage obtained from *Hylocereus undatus* cladodes. *Carbohydrate Polymers*, 91(1): 394–402.

Gharsallaoui, A.; G. Roudaut; O. Chambin; A. Voilley and R. Saurel. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40: 1107–1121.

Goula, A.M. and K.G. Adamopoulos. 2005. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. *Journal of Food Engineering*, 66, 25-24.

González, W; F. Chacín; J. García; M. Ascanio and M. Cobo. 2006. Bloques incompletos en los diseños de superficie de respuesta compuestos de Box y sus aplicaciones agronómicas. *Revista de La Facultad de Agronomía*, 23(1), 92–109.

Jaya, S. and H. das. 2004. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. *Journal of Food Engineering*, 63:125-134.

León-Martínez, F. M.; L. L. Méndez-Lagunas and J. Rodríguez-Ramírez. 2010. Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81(4): 864–870.

León-Martínez, F. M., J. Rodríguez-Ramírez; L. L. Medina-Torres; L. L. Méndez Lagunas; and M. J. Bernad-Bernad. 2011. Effects of drying conditions on the rheological properties of reconstituted mucilage solutions (*Opuntia ficus-indica*). *Carbohydrate Polymers*, 84(1): 439–445.

Lucassen-Reynders, E. 1993. Interfacial viscoelasticity in emulsions and foams. *Food Structure*. 12, 1-12.

Macosko C. 1994 P. Rheology, Measurements, and Applications. Wiley-VCH, 1ª Edición, Estados Unidos de América).

Medina-Torres, L.; E. Brito-De La Fuente; B. Torrestiana- Sánchez, and R. Katthain. 2000. Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus-indica*). *Food Hydrocolloids*, 14: 417-424.

Medina-Torres, L.; E. E. García-Cruz; F. Calderas; R. F. González Laredo; G. Sánchez-Olivares; Gallegos-Infante et al. 2013. Microencapsulation by spray drying of gallic acid with nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*). *LWT - Food Science and Technology*, 50(2), 642–650.

Obón, J. M.; M. R. Castellar; M. Alacid and J. A. Fernández-López. 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. and G. Mazza. 2001. Optimization of a spray drying process for flaxseed gum. *International Journal of Food Science and Technology*, 36, 135-143.

Orozco, A.C.; S.D. Diaz y S.S. García. 2007. Extracto de nopal: reología y secado por aspersión. VI Congreso Iberoamericano de Ingeniería de Alimentos, Guanajuato- Mexico, pp 277-283.

Otálora, M. C; J. G. Carriazo; L. Iturriaga; M. A. Nazareno and C. Osorio, 2015. Microencapsulation of betalains obtained from cactus fruit (*Opuntia ficus-indica*) by spray drying using cactus cladode mucilage and maltodextrin as encapsulating agents. *Food Chemistry*, 187: 174–81.

Panizzolo L. A.; Mussio L.E. and M. C. Añón. 2012. A Kinetic Description for the Destabilization Process of Protein Foams. *International Journal of Food Properties*, 15: 60-68.

Panizzolo, L. A.; L. E. Mussio and M. C. Añón. 2014. Kinetics for describing the creaming of protein-stabilized o/w emulsions by multiple light scattering. *Journal of Food Science and Engineering*, 4 (5): 236-243.

Phanindrakumar, H.S; K. Radhakrishna; S. Mahesh; J.H. Jagannath and A.S. Bawa. 2005. Effect of pretreatments and additives on the thermal behavior and hygroscopicity of freeze-dried pineapple juice powder. *Journal of Food Processing and Preservation*, 29, 307-318.

Queck, S.Y.; N. K. Chok and P. Swedlund. 2007. The physicochemical properties of Spray dried watermelon powders. *Chemical engineering and processing*, 46 (5): 386-392.

Rivas R., C. 2010. Microencapsulación y estabilización enzimática del jugo de Chirimoya (*Annona cherimola* Mill.). Tesis para obtener el Grado de Maestría en Ciencias en Bioprocesos. UPIBI-IPN.

Ribeiro L. C; J. M. C. da Costa and M. R. Afonso. 2016. Hygroscopic behavior of lyophilized acerola pulp powder. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*. 20: 269-274.

Sáenz C. 2006. Utilización agroindustrial del nopal, Boletín de Servicios Agrícolas de La FAO 162. Servicio de Tecnologías de Ingeniería Agrícola y Alimentaria (AGST) con la colaboración de la Red Internacional de Cooperación Técnica del nopal ISSN 1020-4334.

Sáenz, C.; E. Sepúlveda and B. Matsuhira. 2004. *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environment*, 57:275–290.

Sáenz, C.; B. Escobar; A. M. Estévez; M.L. Hurtado y Sepúlveda, E. 2003. Estudios preliminares de propiedades funcionales de hidrocoloides extraídos de plantas de zonas áridas. IV Congreso Iberoamericano de Ingeniería de Alimentos (CIBIA IV), Valparaíso, Chile.

Sáenz, C.; M. Vásquez; S. Trumper and C. Fluxá. 1992. Extracción y composición química de mucílago de tuna (*Opuntia ficus-indica*). Actas II Congreso Internacional de la tuna y cochinilla. Santiago de Chile, 22-25 sepbre. P.93-96.

Sepúlveda, E.; C. Sáenz; E. Aliaga and C. Aceituno. 2007. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia spp.* *Journal of Arid Environments*, 68(4): 534–545.

Schuck, P. 2009. Effect of drying on milk proteins. In A. Thompson, M. Boland, and H. Singh (Eds.), *Milk proteins—from expression to food* (pp. 283–305). USA: Elsevier.

Schubert H. and H. Armbruster. 1992. Principles of formation and stability of emulsions. *International Chemical Engineering*, 32: 14–28.

Stubenrauch C. and R. Miller. 2004. Stability of foam films and surface rheology: An oscillating bubble study at low frequencies, *Journal of Physical Chemistry B*. 108: 6412-6421.

Tonon, R. V.; Brabet, C. and M. D. Hubinger. 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88(3):411-418.

Vergara, C.; J. Saavedra; C. Sáenz; P. García and P. Robert. 2014. Microencapsulation of ultrafiltered cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) extracts and betanin stability during storage. *Food Chemistry*, 157:246-251.

Wang, Y.; D. Li; L.-J. Wang; S.-J. Li and B. Adhikari. 2010. Effects of drying methods on the functional properties of flaxseed gum powders. *Carbohydrate Polymers*, 81(1): 124–375.

Walton D.E. and C. J. Mumford. 1999. Spray dried products Characterization of particle morphology. *Chemical Engineering Research and Design*, 77 (1): 21-38.

Youssefi S.; Z. Emam-Djomeh and S. M. Mousavi. 2009. Comparison of artificial neural network (ANN) and response surface methodology (RSM) in the prediction of quality parameters of spray-dried pomegranate juice. *Drying Technology*, 27: 910–917.

Yu, L. 2001. Amorphous pharmaceutical solids: Preparation, characterization and stabilization. *International Journal of Pharmaceutics*, 48: 27 – 42.

ANEXO

Anexo 1. Condiciones óptimas empleadas para obtener el biopolímero de nopal.

Autores	Edad nopal (años/meses)	Proceso (trozado o molido)	Relación (paleta/agua)	Temperatura (°C)	Tiempo (h/min)	Relación (mucilago/solvente)	pH / °Brix	Rend.	Fin / propósito
Otálora et al., 2015	-----	Cortado solo médula 2mm espesor	1/2	20	24 h	1/ 3 Etanol	-----	0,61 %	Microencapsulación de betalainas obtenidas de tuna purpura
Rodríguez et al., 2014	Nopalitos frescos	Cortado 2cm	1/8 1/2 Macerado en etanol 1/1	83 22	2 h	1/4 Etanol 96 % 1/1 Etanol 1%	4.45 pH	0,5 – 0,6%	Optimización de la extracción
García - Cruz et al., 2013	12 meses	12,5 cm largo - 2 mm ancho	1 / 4	80	1 h	-----	1 °Brix	0,85 %	Propiedades reológicas y físicas de mucilago
Medina - Torres et al., 2013	6 Meses	Molido y macerado	2/1	-----	24 h	-----	4.8 pH /1 ° Brix	Microencapsulación mediante secado por A.
Rodríguez-González et al., 2011	-----	-----	1/2	80	1h	1/4 Etanol	4,5 pH	0,5 – 0,6 %	Optimización extracción mucilago nopal
León-Martínez et al., 2010	-----	0,00375 m ² / 2 mm espesor	1/3	86	3,6 h	-----	3 °Brix	0,70 %	Secado por pulverización
Yahia, et al., 2009	-----	Homogenizado	-----	80	2 h	1/ 1,5	-----	0,7 %	Extracción y características químicas del mucilago
Sepúlveda et al., 2007	2-3 Años	Molido	1/7	40	4 h	1/3 etanol y 1/4 alco isopropilico	-----	1,5%	Extracción y caracterización
Cai et al ., 2008	-----	Molido	1/3.72 Éter de petróleo y luego extracción de agua	86,01	3.61 h	1/4 Etanol 95 °C por 48 h 4 °C	-----	0,698%	Extracción, purificación y caracterización
Abraján, 2008	1 año	Molido	1/ 5	-----	1 h	1 / 3	-----	0,85 %	Efecto del método de extracción.
Medina Torres et al.,2000	-----	Molido	-----	-----	-----	1/2 Acetona	-----	-----	Propiedades reológicas

Anexo 2. Condiciones de secado por atomización descritas en la literatura (*Spray Drying-SD*)

Autores	Descripción y modelo	Contenido de sólidos solubles	Temperatura de (entrada –salida de aire)	Objetivo del estudio
Farías-Cervantes et al., 2016	Secador por aspersión (CIMA, Shanghai, China, modelo LPG5, China)	5 °Brix	70-110 °C	Propiedades fisicoquímicas y la estabilidad de Agave, Mucílago de Nopal y jugo de Aloe vera.
Otálora et al., 2015	Atomizador LabPlant SD-06 con 825 x 600 mm, cámara de pulverización principal 1110 x 825 x 600mm	170 ± 2 – 98 ± 4 °C	Micro encapsulación
García - Cruz et al., 2013	Escala piloto co-corriente, equipo con atomizador rotatorio (TS-Minor, M02/A)	1°Brix	130 - 170 °C 63,00 - 88,00 °C	Propiedades reológicas y físicas de mucílago secado por aspersión.
Medina - Torres et al., 2013	Escala piloto con flujo co-corriente Nitro Atomizador rotatorio (ST Minor, M02 / A)	1°Brix	Sin ácido gálico: 130 °C Con ácido gálico: 170 °C	Microencapsulación mediante secado por Atomización de ácido gálico con mucilago de nopal.
León-Martínez et al., 2011	Atomizador rotatorio (ST Minor, M02 / A)	3 °Brix	130 °C - 170 °C	Efecto de las condiciones de secado (mucílago reconstituido)
León-Martínez et al., 2010	Atomizador rotatorio (ST Minor, M02 / A)	3 °Brix	130 °C - 170 °C	Secado por atomización

Anexo 3. Condiciones experimentales, variables de rendimiento (%) y sólidos solubles, para el Diseño Composito Central aplicado en el proceso de extracción.

Tratamientos	Variables Independientes		Variables de Respuesta	
	Temperatura (°C)	Relación (paleta /agua)	Rendimiento (%)	sólidos solubles (°Brix)
T1	70	1/3	0,55 ± 0,03	1,0 ± 0,05
T2	70	1/9	0,61 ± 0,02	0,2 ± 0,00
T3	90	1/3	0,65 ± 0,03	1,1 ± 0,10
T4	90	1/9	0,66 ± 0,02	0,3 ± 0,05
T5	80	1/3	0,58 ± 0,03	1,1 ± 0,05
T6	70	1/6	0,49 ± 0,01	0,5 ± 0,10
T7	80	1/9	0,69 ± 0,06	0,3 ± 0,00
T8	90	1/6	0,83 ± 0,04	0,4 ± 0,00
T9	80	1/6	0,74 ± 0,01	0,5 ± 0,10
T10	80	1/6	0,77 ± 0,01	0,5 ± 0,00
T11	80	1/6	0,65 ± 0,04	0,5 ± 0,05

Los valores corresponden al promedio ± desviación estándar (n=3).

Anexo 4. Condiciones experimentales, variables de rendimiento (%) y humedad %, para el Diseño Composito Central aplicado en el proceso de secado por atomización.

Tratamientos	Temperatura (°C)	Contenido de sólidos solubles (°Brix))	Rendimiento (%)			Humedad (%)		
			X	±	DS	X	±	DS
T1	180	4	55,86	±	0,61	7,28	±	0,58
T2	180	7	16,61	±	1,46	6,31	±	0,18
T3	180	10	10,36	±	1,15	10,01	±	0,58
T4	165	4	56,31	±	1,29	9,95	±	0,69
T5	165	10	21,41	±	2,15	11,06	±	0,94
T6	150	4	36,04	±	0,37	9,86	±	0,44
T7	150	7	53,25	±	4,82	3,26	±	0,10
T8	150	10	11,20	±	0,12	14,49	±	0,85
T9	165	7	48,64	±	4,46	8,95	±	0,48
T10	165	7	49,62	±	4,49	8,37	±	0,08
T11	165	7	47,56	±	4,31	8,50	±	0,08

Los valores corresponden al promedio ± desviación estándar (n=3).

APÉNDICES

Apéndice I. Análisis de varianza del rendimiento de la extracción de biopolímero de nopal.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Temperatura	0,0487132	1	0,0487132	15,76	0,0106
B:Relación	0,00249991	1	0,00249991	0,81	0,4097
AA	0,00980392	1	0,00980392	3,17	0,1350
AB	0,0	1	0,0	0,00	1,0000
BB	0,00980396	1	0,00980396	3,17	0,1350
Error total	0,0154534	5	0,00309069		
Total (corr.)	0,0818182	10			

Apéndice II. Los coeficientes estimados del modelo de regresión de segundo orden para optimizar la extracción.

Variables	Rendimiento
Constante	-2,92265000
Temperatura (°C)	0,07777750
Relación (agua/paleta)	0,06374330
Temperatura ² (°C)	-0,00043483
Relación ² (agua/paleta)	-0,00483143
Temperatura (°C) * Relación (agua/paleta)	0,00000000

$R^2 = 81,1 \%$

Apéndice III. Análisis de varianza del rendimiento del secado por atomización del biopolímero de nopal.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Temperatura	54,60	1	54,60	0,38	0,5624
B:Concentración	1816,56	1	1816,56	12,79	0,0159
AA	358,58	1	358,58	2,52	0,1729
AB	113,42	1	113,42	0,80	0,4125
BB	160,01	1	160,01	1,13	0,3371
Error total	710,15	5	142,03		
Total (corr.)	3390,57	10			

Apéndice IV. Los coeficientes estimados del modelo de regresión de segundo orden para optimizar el secado por atomización.

Variables	Rendimiento
Constante	-1497,8600
Temperatura (°C)	18,0767
Relación (agua/paleta)	26,0876
Temperatura ² (°C)	- 0,0528
Relación ² (agua/paleta)	- 0,8830
Temperatura (°C) * Relación (agua/paleta)	- 0,1183

$R^2 = 79,05 \%$