

Capítulo 4

Experimental

4.1. Materiales

4.1.1. Compuestos utilizados en la caracterización de aceites

- Surfactante: dodecil sulfato de sodio - DSS (Riedel de Haën, Alemania). Grado analítico.
- Alcohol: pentanol (Sigma-Aldrich, EE.UU.). Grado analítico.
- Componente acuoso: agua destilada.
- Componente oleoso: aceite de soya (Branca, Venezuela); aceite de almendra (Gemaquín, Venezuela); aceite de maíz (Mazeite, Venezuela).
- Electrolito: cloruro de sodio (J. T. Baker, México). Grado analítico.

4.1.2. Compuestos utilizados en la preparación de emulsiones

- Surfactante: lecitina de soya (Fiorentini, Italia).

Composición:

Grasas (91 %)

Ácidos grasos totales (50 %)

Saturados C16:0, C18:0 (11,5 - 13,0 %)

Monoinsaturados C18:1 (2,5 - 4,5 %)

Polinsaturados C18:2, C18:3 (31,0 - 34,0 %)

Colesterol (0 %)

Carbohidratos totales (8 %)

Monosacáridos y disacáridos (4 %)

Polisacáridos (4 %)

- Componente acuoso: agua destilada.
- Alcohol: glicerol (Cer diagnósticos, Venezuela). Grado analítico.
- Componente oleoso: aceite de soya (Branca, Venezuela).
- Conservador: benzoato de sodio.

4.2. Instrumentos

- Tensiómetro de gota giratoria.
- Analizador de tamaño de partícula por difracción de luz laser LS13320 (Beckman Coulter, EE.UU.).
- Analizador de la actividad electroforética por difracción de luz laser Delsa 440SX (Coulter Scientific Instruments, EE.UU.).
- Analizador óptico de luz retrodifusa y transmitida Turbiscan Classic MA2000 (Beckman Coulter, EE.UU.).
- Equipo de medición y registro en línea de conductividad (Lab. FIRP).
- Reómetro SR-5000 (Rheometric Scientific, EE.UU.).
- Microscopio óptico Standard (Carl Zeiss, Alemania).
- Agitador de hélice Eurostar Power Control Visc (IKA, Alemania).
- Agitador rotor-estator Ultraturax T25 (IKA, Alemania).

4.3. Métodos y procedimientos

4.3.1. Caracterización del componente oleoso de la emulsión

Se caracterizaron tres aceites triglicéridos: aceite de soya, aceite de almendra y aceite de maíz, a través de la medición de la densidad y de la determinación del número de carbonos del alcano equivalente (EACN).

Medición de la densidad

La densidad de los aceites triglicéridos se midió a través de un picnómetro de 25 mL, a una temperatura de 25 °C.

Determinación del EACN de los aceites

El EACN se determinó a través de un barrido de formulación unidimensional, variando sistemáticamente la salinidad de la fase acuosa y manteniendo constantes todos los demás parámetros, con las siguientes condiciones: WOR = 1, 4,94 %v/v de pentanol y 0,57 %p/v de DSS; variando la salinidad de la fase acuosa desde 1,6 hasta 4,4 %p/v. Los tubos de ensayo fueron agitados levemente, hasta que existiera suficiente contacto entre las fases y se observara homogeneidad en el sistema; para luego ser dejados en reposo, en un baño termostatzado a 25 °C.

Las muestras se mantuvieron durante un período de seis meses a una temperatura de 25 °C hasta alcanzar la separación de fases. La formulación óptima se encontró a través de la medición de la tensión interfacial entre las fases acuosa y oleosa, determinando la salinidad en la cual la tensión interfacial era mínima. A través de la ecuación 1.4 se relacionó la salinidad del sistema y el EACN del aceite en la formulación óptima (HLD = 0), calculando así, el número de carbonos del alcano equivalente del componente oleoso.

La determinación de las tensiones interfaciales se realizó a través del método de la gota giratoria, el cual se fundamenta en el alargamiento axial al que se somete una gota de fase dispersa (menos densa) dentro de la fase continua, como se muestra en la Figura 4.1. A través de la medición del diámetro de la gota alargada se determinó la

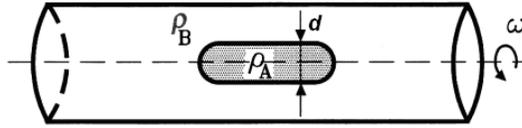


Figura 4.1: Gota giratoria

tensión interfacial del sistema, utilizando la ecuación:

$$\gamma = 5,22 \times 10^5 \frac{d^3 \Delta\rho}{T^2} \quad (4.1)$$

donde γ es la tensión interfacial en dina/cm, d es el diámetro de la gota en mm, $\Delta\rho$ es la diferencia de densidades entre los dos fluidos en g/cm^3 y T es el período de rotación en mseg/rev.

Las medidas se realizaron con períodos entre 9 y 10 mseg/rev, con un tiempo de equilibración de la muestra en el tensiómetro de 2 horas. El valor de la tensión interfacial es el promedio de 8 mediciones que se realizaron a intervalos de 10 minutos.

4.3.2. Obtención de emulsiones

Las emulsiones se prepararon utilizando aceite de soya como fase interna, lecitina de soya como surfactante y agua destilada (2,5 %v/v de glicerol) como fase continua. Las dispersiones fueron obtenidas a través de un método baja energía, que consiste en disolver el emulsionante en el componente oleoso y agregar la fase acuosa lentamente en el interior del sistema, manteniendo una agitación constante y moderada de 250 revoluciones por minuto con un agitador de hélice Eurostar Power Control Visc (IKA, Alemania). Se obtuvieron para cada sistema 50 gramos de emulsión final. El equipo de emulsión se muestra en la Figura 4.2. La lecitina de soya se solubilizó en el aceite a una temperatura de 70 °C, por medio de una agitación de 250 rpm, durante un tiempo de 40 minutos.

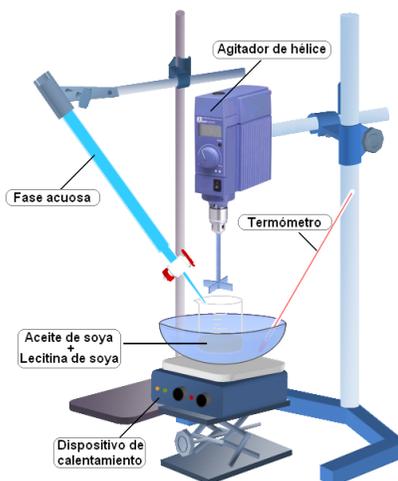


Figura 4.2: Representación esquemática del equipo de emulsión

Determinación del efecto de la concentración de surfactante sobre las propiedades de la emulsión

Se obtuvieron emulsiones a una temperatura de 70 °C, variando la relación $S/(O+S)$ ¹, para determinar el efecto de la concentración de surfactante sobre el tamaño de gota y viscosidad del sistema lecitina de soja/fase acuosa/aceite de soja.

Determinación del efecto de la temperatura y de la velocidad de adición de fase acuosa sobre las propiedades de la emulsión

Se determinó la influencia de la temperatura y de la velocidad de adición de la fase acuosa sobre las propiedades de la emulsión. Para ello, se obtuvieron emulsiones a 25, 40 y 70 °C con una relación $S/(O+S) = 0,35$, manteniendo velocidades constantes de adición de la fase acuosa de 0,33, 3 y 5 mL/min; y variando el caudal de adición de solución acuosa durante el proceso.

¹ $S/(O+S)$: relación lecitina de soja/(aceite de soja + lecitina de soja) ó fracción en masa de lecitina de soja en la mezcla inicial.