



**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA**



# **Caracterización de emulsiones y oleogeles con hidroxipropilmetilcelulosa y micropartículas de quitina**

POR

**Alonso Andrés Escobar Ochoa**

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Concepción para optar al título profesional de Ingeniero(a) Civil Química

Profesor Guía

Miguel Ángel Pereira Soto

Profesora Comisión

Johanna Castaño

Diciembre 2025

Concepción

© 2025 Alonso Andrés Escobar Ochoa

## **Agradecimientos**

En primer lugar, quiero agradecer a toda mi familia, quienes me apoyaron desde la concepción de mi idea de la realizar una pasantía por estudios fuera de Chile al ingresar a la carrera. Un especial agradecimiento a mi madre, padre y mi abuela, quienes han sido y son, por sus enseñanzas, respaldo y visión crítica, los mayores contribuidores en todas las metas y sueños que se me han ocurrido durante mi vida.

A Moncho y Leti, quienes me dieron la oportunidad de realizar este trabajo al mostrarles mi interés en la reología de biopolímeros. Sus ideas, conocimientos, paciencia y preocupación como mis tutores permitieron la realización y finalización de este trabajo, otorgándome enseñanzas que llevaré en el resto de mi vida.

A Xurxo, Dani y Amaya por su ayuda durante el trabajo en el laboratorio en aspectos teóricos y técnicos.

A mis compañeros y compañeras Leonardo, Ale, Mario, Isi, Maylee, Isa, Claudia, Carlos, Inés, Diego, Margarita por el apoyo, las conversaciones y risas dentro y fuera del laboratorio.

Por último, agradecer a todos mis amigos y amigas en Chile desde los que conocí en mi infancia hasta los de la universidad. Gracias por su apoyo no solo en esta estancia sino durante mi vida,

## Resumen

El elevado consumo de grasas es uno de los factores de riesgo asociado a diversas enfermedades. Una de las soluciones planteadas es la estructuración de aceites, denominados oleogeles. El objetivo de este trabajo fue el estudio de las propiedades fisicoquímicas de emulsiones y oleogeles elaborados con aceite de girasol, empleando diferentes concentraciones y pesos moleculares de HPMC, así como la incorporación de micropartículas de quitina utilizando el método *emulsión template*.

Se evaluaron las siguientes variables: concentración de HPMC en emulsión (1,5; 2,0 y 2,5% p/p), tipo de HPMC (alto o bajo peso molecular) y concentración de quitina en emulsión (0,5; 1,0 y 1,5% p/p) para una concentración fija de HPMC (1,5% p/p y bajo peso molecular). Los oleogeles se obtuvieron mediante el método de *emulsion template*. Las emulsiones se secaron por convección a 80°C, empleando relaciones aceite/agua de 50:50. La caracterización incluyó ensayos reológicos, microscopía, análisis de perfil de textura (TPA), colorimetría y evaluación de la retención de aceite (OBC). Para las emulsiones se realizaron barridos de deformación (0,01-100%), frecuencia (0,1-10 Hz), curvas de flujo (0,01-1 s<sup>-1</sup>) y análisis del tamaño de gota mediante microscopía. Por su parte, los oleogeles se les aplicaron barridos de deformación (0,01-10%), frecuencia (0,1-10 Hz), rampas térmicas (25-80°C), TPA, colorimetría y OBC.

El aumento de HPMC incrementó los módulos viscoelásticos y redujo el tamaño de gota de las emulsiones. Las emulsiones con HPMC de alto peso molecular (HPMC A) mostraron un punto de gel que se ajustó bien al modelo generalizado de Maxwell con cuatro elementos. Los modelos de Cross-Williamson y Casson describieron adecuadamente el comportamiento viscoso de las emulsiones. La incorporación de micropartículas de quitina aumentó la viscosidad del medio, pero no afectaron significativamente el comportamiento viscoelástico ni la distribución del tamaño de gota producto del tamaño de partícula (20-100 µm) similar a las gotas de aceite.

En los oleogeles, el aumento de la concentración de HPMC de bajo peso molecular (HPMC B) conllevó a una mayor estructuración de los sistemas, dureza y OBC. Para HPMC A, estas propiedades permanecieron constantes. La incorporación de quitina en los oleogeles con HPMC B conllevó a un aumento de los módulos viscoelásticos, dureza y croma, pero una disminución desfavorable del OBC. Todos los oleogeles presentaron alta termoestabilidad y no se observaron cambios significativos en los parámetros de color con el aumento de HPMC independiente del tipo.

## Abstract

Excessive dietary fat intake is recognized as a risk factor for several health disorders. Structuring oils, known as oleogels, is one proposed solution. The aim of this study was to examine the physicochemical properties of sunflower oil emulsions and oleogels prepared with different concentrations and molecular weights of HPMC, and to evaluate the effect of incorporating chitin microparticles using the emulsion-template method.

The study evaluated the following variables: HPMC concentration in the emulsion (1.5, 2.0, and 2.5% w/w), HPMC type (high- or low- molecular weight), and chitin concentration in the emulsion (0.5, 1.0, and 1.5% w/w) evaluated at a fixed HPMC concentration (1.5% w/w and low-molecular weight). Oleogels were produced using the emulsion-template method. Oil-in-water emulsions (50:50) were convectively dried at 80°C. Characterization included rheological measurements, optical microscopy, texture profile analysis (TPA), colorimetry, and oil binding capacity (OBC). For the emulsions, strain sweeps (0.01–100%), frequency sweeps (0.1–10 Hz), flow curves (0.01–1 s<sup>-1</sup>), and droplet size distribution analyses were conducted. For the oleogels, strain sweeps (0.01–10%), frequency sweeps (0.1–10 Hz), thermal ramps (25–80°C), TPA, colorimetry, and OBC determinations were performed.

An increase in HPMC concentration enhanced the viscoelastic moduli and reduced the droplet size of the emulsions. Emulsions with high-molecular weight HPMC (HPMC A) exhibited a gel point that was satisfactorily fitted by the four-element generalized Maxwell model. The Cross-Williamson and Casson models adequately described the viscous behaviour of the emulsions. The incorporation of chitin microparticles increased the viscosity of the medium but did not significantly affect the viscoelastic behavior or droplet size distribution, because the particle size (20–100 µm) was comparable to that of the oil droplets.

In the oleogels, increasing the concentration of low-molecular weight HPMC (HPMC B) led to greater structuring of the systems, higher hardness, and increased OBC. For HPMC A, these properties remained constant. The incorporation of chitin into oleogels with HPMC B resulted in increased viscoelastic moduli, hardness, and chroma, but caused an unfavorable decrease in OBC. All oleogels exhibited high thermal stability, and no significant changes in color parameters were observed with increasing HPMC, regardless of type.

# Índice

<b>1. Introducción.....</b>	<b>1</b>
<b>2. Objetivos .....</b>	<b>4</b>
<b>2.1. Objetivo general .....</b>	<b>4</b>
<b>2.2. Objetivos específicos .....</b>	<b>4</b>
<b>3. Metodología.....</b>	<b>5</b>
<b>3.1. Preparación de las emulsiones de aceite de girasol con HPMC .....</b>	<b>5</b>
<b>3.2. Preparación de las emulsiones de aceite de girasol con HPMC y quitina.....</b>	<b>6</b>
<b>3.3. Formación del oleogel .....</b>	<b>7</b>
<b>3.4. Caracterización reológica .....</b>	<b>7</b>
<b>3.5. Microestructura de las emulsiones .....</b>	<b>9</b>
<b>3.6. Propiedades texturales de los oleogeles .....</b>	<b>9</b>
<b>3.7. Color de los oleogeles .....</b>	<b>10</b>
<b>3.8. Retención de aceite de los oleogeles .....</b>	<b>10</b>
<b>3.9. Análisis estadístico.....</b>	<b>11</b>
<b>3.9.1. Modelación reológica .....</b>	<b>11</b>
<b>4. Resultados y discusión .....</b>	<b>12</b>
<b>4.1. Caracterización de las emulsiones .....</b>	<b>12</b>
<b>4.1.1. Reología de las emulsiones.....</b>	<b>12</b>
<b>4.1.2. Microscopía de las emulsiones .....</b>	<b>20</b>
<b>4.2. Caracterización del oleogel.....</b>	<b>23</b>
<b>4.2.1. Reología de los oleogeles .....</b>	<b>23</b>
<b>4.2.2. Propiedades texturales de oleogeles.....</b>	<b>29</b>
<b>4.2.3. Color del oleogel .....</b>	<b>32</b>
<b>4.2.4. Retención de aceite .....</b>	<b>33</b>
<b>5. Conclusiones .....</b>	<b>36</b>
<b>6. Referencias.....</b>	<b>38</b>
<b>7. Anexos .....</b>	<b>41</b>
<b>7.1. Antecedentes .....</b>	<b>41</b>

7.1.1.	Grasas y aceites.....	41
7.1.2.	Oleogeles.....	42
7.1.3.	Métodos de obtención.....	43
7.1.4.	Hidroxipropilmetilcelulosa .....	44
7.1.5.	Quitina.....	45
7.2.	Fundamentos teóricos .....	47
7.2.1.	Reología .....	47
7.2.2.	Reometría.....	52
7.3.	Procedimientos experimentales en el laboratorio.....	61
7.3.1.	Materiales.....	61
7.3.2.	Equipamiento del laboratorio .....	61
7.3.3.	Cálculo de la humedad y masa de HPMC necesaria para la emulsión .....	67
7.3.4.	Tratamiento de imágenes obtenidas por microscopía óptica .....	69
7.3.5.	Selección del número de elementos del modelo de Maxwell generalizado para la modelización reológica .....	73
7.3.6.	Parámetros estadísticos empleados para la modelización reológica.....	74
7.4.	Resultados experimentales complementarios .....	75
7.4.1.	Efecto de la concentración de HPMC en la deformación de flujo y fluencia de las emulsiones .....	75
7.4.2.	Frecuencia y tiempo de relajación de las emulsiones con diferentes concentraciones de HPMC A.....	76
7.4.3.	Comportamiento de los parámetros viscosos con la concentración de HPMC ..	77
7.4.4.	Efecto de la concetración de quitina en los parámetros viscosos .....	79
7.4.5.	Influencia de la concentración de HPMC en distribución de tamaño de gota de las emulsiones.....	81
7.4.6.	Efecto de la concentración de quitina en distribución de tamaño de gota de las emulsiones .....	82

## Listado de Tablas

<i>Tabla 3.1: Diseño experimental para la obtención de emulsiones y oleogeles de aceite de girasol con HPMC. ....</i>	<i>5</i>
<i>Tabla 3.2: Diseño experimental para las emulsiones y oleogeles de aceite de girasol con HPMC y quitina. ....</i>	<i>6</i>
<i>Tabla 3.3: Parámetros texturales determinados a partir de los ensayos de textura (Stable Micro Systems, s.f.).....</i>	<i>10</i>
<i>Tabla 4.1: Parámetros del modelo generalizado de Maxwell de cuatro elementos para las emulsiones de aceite de girasol y HPMC A. Las diferentes letras (a, b, c) y (A, B, C) indican diferencias significativas (<math>P &lt; 0,05</math>) entre las medias de los módulos de rigidez y tiempos de relajación del elemento <math>i</math>-ésimo para cada concentración de HPMC A a partir del test de Duncan, respectivamente.....</i>	<i>14</i>
<i>Tabla 4.2: Parámetros del modelo de Casson en las emulsiones de aceite de girasol con HPMC B. Las diferentes letras (a, b, c) indican diferencias significativas (<math>P &lt; 0,05</math>) entre las medias para cada concentración de HPMC B a partir del test de Duncan. ....</i>	<i>16</i>
<i>Tabla 4.3: Parámetros del modelo de Cross-Williamson en las emulsiones de aceite de girasol con HPMC A. Las diferentes letras (a, b, c) indican diferencias significativas (<math>P &lt; 0,05</math>) entre las medias para cada concentración de HPMC A a partir del test de Duncan.....</i>	<i>17</i>
<i>Tabla 4.4: Parámetros del modelo de Casson en las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y quitina. Las diferentes letras (a, b, c, d) indican diferencias significativas (<math>P &lt; 0,05</math>) entre las medias para cada concentración de quitina a partir del test de Duncan.....</i>	<i>20</i>
<i>Tabla 4.5: Influencia de la concentración y tipo de HPMC sobre el diámetro promedio y de Sauter de las emulsiones de aceite de girasol. Las diferentes letras (a, b, c) y (A, B, C) indican diferencias significativas (<math>P &lt; 0,05</math>) entre las medias para cada concentración de HPMC A y B respectivamente a partir del test de Duncan. ....</i>	<i>20</i>
<i>Tabla 4.6: Influencia de la concentración y tipo de HPMC sobre el diámetro promedio y de Sauter de las emulsiones de aceite de girasol. Las diferentes letras (A) indican diferencias significativas (<math>P &lt; 0,05</math>) entre las medias para cada concentración de quitina a partir del test de Duncan. ....</i>	<i>21</i>
<i>Tabla 7.1: Parámetros de ajuste en función de la concentración de HPMC B con respecto al modelo de Casson. ....</i>	<i>78</i>
<i>Tabla 7.2: Parámetros de ajuste en función de la concentración de HPMC B con respecto al modelo de Cross-Williamson.....</i>	<i>79</i>
<i>Tabla 7.3: Parámetros de ajuste en función de la concentración de HPMC B con respecto al modelo de Casson. ....</i>	<i>80</i>

## Listado de figuras

<i>Figura 4.1: Barrido de deformación de las emulsiones de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC.....</i>	<i>12</i>
<i>Figura 4.2: Espectros mecánicos de las emulsiones de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC. Las líneas - - - corresponden al modelo generalizado de Maxwell de cuatro elementos obtenido para cada sistema.....</i>	<i>13</i>
<i>Figura 4.3: Curva de flujo (a) y viscosidad aparente (b) de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC B. Las líneas - - corresponden a los ajustes realizados a partir del modelo de Casson para cada concentración de HPMC.....</i>	<i>15</i>
<i>Figura 4.4: Curva de flujo (a) y viscosidad aparente (b) de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC A. Las líneas - - corresponden al ajuste realizado a partir del modelo de Cross-Williamson para cada concentración de HPMC....</i>	<i>16</i>
<i>Figura 4.5: Barrido de deformación de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y micropartículas de quitina. .</i>	<i>18</i>
<i>Figura 4.6: Espectro mecánico de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y micropartículas de quitina.....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 4.7: Curva de flujo (izquierda) y viscosidad aparente (derecha) de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y micropartículas de quitina. Las líneas - - - corresponden a los ajustes realizados a partir del modelo de Casson para cada concentración de HPMC.....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 4.8: Distribución de partículas de quitina mediante microscopía electrónica de barrido.....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 4.9: Barrido de deformación de las oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 4.10: Espectros mecánicos de las oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC.....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 4.11: Efecto del tipo de HPMC sobre las propiedades mecánicas de los oleogeles de aceite de girasol y HPMC. ....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 4.12: Efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de los oleogeles de aceite de girasol a distintas concentraciones de HPMC alto y bajo peso molecular. a) B-2,9. b) B-3,8. c) B-4,7. d) A-2,9. e) A-3,8. f) A-4,7. E: Rampa de enfriamiento. C: Rampa de calentamiento.....</i>	<i>26</i>
<i>Figura 4.13: Barrido de deformación de oleogeles de aceite de girasol, HPMC y micropartículas de quitina.....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 4.14: Barrido de frecuencia de oleogeles de aceite de girasol, HPMC y micropartículas de quitina. ....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 4.15: Efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de los oleogeles de aceite de girasol y HPMC B con distintas concentraciones de quitina. a) Q-0,95. b) Q-1,89. c) Q-2,81. E: Rampa de enfriamiento. C: Rampa de calentamiento. ....</i>	<i>29</i>
<i>Figura 4.16: Efecto de la concentración y tipo de HPMC en las propiedades texturales de los oleogeles de aceite de girasol. Tipo de HPMC: HPMC B (Colores claros). HPMC A (Colores oscuros). Concentraciones de HPMC (%): 2,9</i>	

(azul). 3,8 (verde). 4,9 (rojo). Las diferentes letras (A, B, C) y (a, b, c) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de HPMC B y A, respectivamente .....29

*Figura 4.17: Efecto de la concentración de quitina en las propiedades texturales de los oleogel de aceite de girasol y HPMC B. Presencia de quitina: Con quitina (Colores claros). Sin quitina (Color azul oscuro). Concentraciones de quitina (%): 0,95 (azul). 1,89 (verde). 2,81 (rojo). Las diferentes letras (A, B) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de quitina. ....31*

*Figura 4.18: Influencia de la concentración y tipo de HPMC en los parámetros de color de los oleogel de aceite de girasol. Tipo de HPMC: HPMC B (Colores claros). HPMC A (Colores oscuros). Concentraciones de HPMC (%): 2,9 (azul). 3,8 (verde). 4,9 (rojo). Las diferentes letras (a) y (A) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de HPMC B y A, respectivamente. ....32*

*Figura 4.19: Efecto de la concentración de quitina en los parámetros de color de los oleogel de aceite de girasol y HPMC B. Presencia de quitina: Con quitina (Colores claros). Sin quitina (Color azul oscuro). Concentraciones de quitina (%): 0,95 (azul). 1,89 (verde). 2,81 (rojo). Las diferentes letras (A, B) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de quitina. ....33*

*Figura 4.20: Influencia de la concentración y tipo de HPMC en la retención de aceite de girasol. Tipo de HPMC: HPMC B (Colores claros). HPMC A (Colores oscuros). Concentraciones de HPMC (%): 2,9 (azul). 3,8 (verde). 4,9 (rojo). Las diferentes letras (A, B) y (a) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de HPMC B y A, respectivamente .....34*

*Figura 4.21: Efecto de la concentración de quitina en la retención de aceite de los oleogel de aceite de girasol y HPMC B. Presencia de quitina: Con quitina (Colores claros). Sin quitina (Color azul oscuro). Concentraciones de quitina (%): 0,95 (azul). 1,89 (verde). 2,81 (rojo). Las diferentes letras (A, B, C) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de quitina. ....35*

*Figura 7.1: Esquema del método "emulsion template" con diferentes emulsificantes (Hu et al., 2023)<sup>11</sup> ..... 44*

*Figura 7.2: Estructura química de la hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) (Pal et al., 2015)<sup>12</sup> ..... 44*

*Figura 7.3: Estructura química de la quitina (Sultana et al., 2020) . . ..... 45*

*Figura 7.4: Recursos agropecuarios fuentes de quitina (Oyatogun et al. 2020)<sup>19</sup> ..... 46*

*Figura 7.5: Comportamiento viscoso de fluidos newtoniano y pseudoplástico (no newtoniano) frente a la velocidad de cizalla (Vlachopoulos & Polychronopoulos, 2011) . . ..... 48*

*Figura 7.6: Comportamiento viscoso típico de un líquido no Newtoniano (Barnes et al., 1989)..... 49*

*Figura 7.7: Respuesta de cuerpos sólidos, líquidos y viscoelásticos ante la aplicación y retiro de un esfuerzo determinado (Bourne, 2002) . . ..... 50*

*Figura 7.8: Elementos mecánicos de Hooke (izquierda) y Newton (derecha) (Bourne, 2002). ..... 51*

*Figura 7.9: Modelos mecánicos de Maxwell (izquierda) y Kevin-Voight (derecha) (Bourne, 2002). ..... 51*

<i>Figura 7.10: Modelo generalizado de Maxwell de n-elementos (Bourne, 2002).</i> .....	52
<i>Figura 7.11: Ensayos reométricos. Rotación continua (a) y oscilatoria (b) (Mezger, 2014).</i> .....	53
<i>Figura 7.12: Ensayo rotacional de cizallamiento de una muestra (Mezger, 2014).</i> .....	53
<i>Figura 7.13: Perfiles preestablecidos para curvas de flujo (rampas escalonadas) en función del tiempo. Velocidad de cizalla controlada (a) y esfuerzo de cizalla controlada (b) (Mezger, 2014).</i> .....	54
<i>Figura 7.14: Deformación oscilatoria a un material ubicado entre dos placas paralelas (Steffe, 1992).</i> .....	55
<i>Figura 7.15: Esfuerzo de un material viscoelástico frente a una deformación oscilatoria (Goodwin &amp; Hughes, 2008).</i> .....	56
<i>Figura 7.16: Esfuerzos de diferentes materiales reológicos frente una deformación oscilatoria (Bourne, 2002).</i> .....	57
<i>Figura 7.17: Diagrama resultante de un barrido de deformación (Mezger, 2014).</i> .....	58
<i>Figura 7.18: Espectro mecánicos de un material viscoelástico sólido (a), gel (b) y líquido viscoelástico (c) en función de la frecuencia (Rosenthal &amp; Chen, 2024).</i> .....	59
<i>Figura 7.19: Granatario Mettler PJ3000 Balans.</i> .....	62
<i>Figura 7.20: Agitador continuo IKA-WERK RW 20 de 4 hélices.</i> .....	62
<i>Figura 7.21: Montaje para la formación de emulsiones.</i> .....	63
<i>Figura 7.22: Secado convectivo Angelantoni, Challenge 250.</i> .....	63
<i>Figura 7.23: Reómetro Anton Paar MCR 301.</i> .....	64
<i>Figura 7.24: Texturómetro TA.XTPlus.</i> .....	64
<i>Figura 7.25: Variación temporal de la fuerza ejercida sobre el oleogel.</i> .....	65
<i>Figura 7.26: Equipo experimental utilizado para las mediciones de color del oleogel. Colorímetro Konica Minolta CR-400 (a) y placa calibradora (b).</i> .....	65
<i>Figura 7.27: Espacio CIELAB (Konica Minolta, s.f. a).</i> .....	65
<i>Figura 7.28: Centrífuga para tubos HW1.</i> .....	66
<i>Figura 7.29: Equipamiento utilizados para determinación del contenido de humedad del HPMC. Balanza analítica HR120 (a) y estufa de vacío Heraus vacutherm VT6025 (b).</i> .....	67
<i>Figura 7.30: División RGB de las imágenes capturadas mediante microscopía óptica.</i> .....	69
<i>Figura 7.31: Imagen procesada con el parámetro "threshold".</i> .....	69
<i>Figura 7.32: Configuración del filtro "threshold".</i> .....	70
<i>Figura 7.33: Configuración de la escala de medida en la imagen.</i> .....	70
<i>Figura 7.34: Configuración del análisis de gotas.</i> .....	71

<i>Figura 7.35: Conteo de gotas resultante mediante el software ImageJ. ....</i>	<i>71</i>
<i>Figura 7.36: Comparativa por elemento del modelo de Maxwell generalizado para el espectro mecánico de emulsiones con HPMC A. Las líneas --- corresponden al ajuste realizado sobre los módulos viscoelásticos mediante el modelo de Maxwell usando a) 1, b) 2, c) 3 y d) 4 elementos. ....</i>	<i>73</i>
<i>Figura 7.37: Influencia de la concentración de HPMC A con respecto a la deformación de flujo de las emulsiones con aceite de girasol. La línea — corresponde al ajuste lineal realizado. ....</i>	<i>75</i>
<i>Figura 7.38: Efecto de la concentración y tipo de HPMC en la deformación de fluencia de las emulsiones de aceite de girasol. ....</i>	<i>76</i>
<i>Figura 7.39: Efecto de la concentración de HPMC A sobre la frecuencia de gel y tiempo de relajación de las emulsiones de aceite de girasol. ....</i>	<i>77</i>
<i>Figura 7.40: Efecto de la concentración de HPMC sobre los parámetros viscosos del modelo de Casson (izquierda) y Cross-Williamson (derecha). ....</i>	<i>78</i>
<i>Figura 7.41: Efecto de la concentración de quitina sobre los parámetros viscosos del modelo de Casson. ....</i>	<i>80</i>
<i>Figura 7.42: Distribución del tamaño de gota de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC A. ....</i>	<i>81</i>
<i>Figura 7.43: Distribución del tamaño de gota de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC B. ....</i>	<i>82</i>
<i>Figura 7.44: Distribución del tamaño de gota de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y quitina. ....</i>	<i>82</i>

## Nomenclatura

Notación	Definición	Unidad
$\gamma_0$	Amplitud de deformación	%
$\sigma_0$	Amplitud del esfuerzo	Pa
$\delta$	Ángulo de desfase	rad
$h^*$	Ángulo de tonalidad	°
$A_i$	Área de la $i$ -ésima gota	$\mu\text{m}^2$
$K$	Cantidad de parámetros del modelo	-
$R^2$	Coefficiente de determinación	-
$c_{HPMC}$	Concentración de HPMC	% p/p
$c_{Quitina}$	Concentración de quitina	% p/p
$C^*$	Croma	-
$\gamma$	Deformación	%
$MRD$	Desviación relativa media	-
$d_i$	Diámetro de la $i$ -ésima gota	$\mu\text{m}$
$D_{3,2}$	Diámetro de Sauter	$\mu\text{m}$
$d_p$	Diámetro promedio	$\mu\text{m}$
$E_i$	Error experimental	[ ]
$\sigma^*$	Esfuerzo cortante	Pa
$\sigma_c$	Esfuerzo crítico	Pa
$\sigma$	Esfuerzo de cizalla	Pa
$\sigma_{yx}$	Esfuerzo de cizalla resultante	Pa
$f$	Frecuencia	Hz
$f_{gel}$	Frecuencia de gel	Hz
$\frac{du_x}{dy}$	Gradiente de deformación	-
HPMC	Hidroxipropilmetilcelulosa	-
HPMC A	Hidroxipropilmetilcelulosa de alto peso molecular	-
HPMC B	Hidroxipropilmetilcelulosa de bajo peso molecular	-
HDL	High Density Lipoprotein	-
$X_{HPMC_j}$	Humedad de HPMC (base seca)	%
$b^*$	Índice de amarillo-azul	-

[ ]: Unidad de medida correspondiente a la variable de ajuste.

$k_p$	Índice de consistencia (Ley de la Potencia)	$s^{1-p}$
$k_c$	Índice de consistencia (Modelo de Cross)	$s^n$
$k$	Índice de consistencia (Modelo de Cross-Williamson)	$s^{1-n}$
$p$	Índice de flujo (Ley de la Potencia)	-
$m$	Índice de flujo (Modelo de Cross)	-
$1 - n$	Índice de flujo (Modelo de Cross-Williamson)	-
$a^*$	Índice de rojo-verde	-
LDL	Low Density Lipoprotein	-
$L^*$	Luminosidad	-
$m_{HPMC}$	Masa de HPMC a adicionar	g
$m_{p,j}$	Masa de placa de vidrio	g
$m_{f,j}$	Masa final de la muestra (post-secado)	g
$m_{i,j}$	Masa inicial de HPMC	g
$m_b$	Masa total de la emulsión	g
MC	Metilcelulosa	-
$G$	Módulo de rigidez	Pa
$G'$	Módulo elástico	Pa
$G''$	Módulo viscoso	Pa
OBC	Oil Binding Capacity	%
O/W	Oil in water	-
O/W/O	Oil in water in oil	-
$\varphi$	Parámetro de bondad	$[ ]^{-1}$
RMSE	Raíz del error cuadrático medio	$[ ]$
SSE	Suma del cuadrado del error	$[ ]^2$
$\tan(\delta)$	Tangente del ángulo de desfase	-
T	Temperatura	°C
$t$	Tiempo	s
$\tau$	Tiempo de relajación	s
$\omega$	Frecuencia angular	rad/s
$\dot{\gamma}$	Velocidad de cizalla	$s^{-1}$
$\frac{dv_x}{dy}$	Velocidad de deformación	$s^{-1}$
$\eta$	Viscosidad aparente	Pa·s

[ ]: Unidad de medida correspondiente a la variable de ajuste.

$\eta_c$	Viscosidad crítica	Pa·s
$\eta_0$	Viscosidad de cizalla cero	Pa·s
$\eta_\infty$	Viscosidad de cizalla infinita	Pa·s
W/O	Water in oil	-
W/O/W	Water in oil in water	-

## 1. Introducción

Las grasas son uno de los ingredientes cruciales en la elaboración de diversos productos para la industria alimenticia, además de ser una importante fuente de energía en la dieta humana. Algunos ejemplos como la manteca, manteca vegetal y margarina otorgan significativamente la textura, sabor y estructura en alimentos procesados (Kim et al., 2024). No obstante, su vasto uso provoca la ingesta de ácidos grasos saturados y trans, lo cual es uno de los factores de riesgo para enfermedades cardiovasculares, coronarias y diabetes tipo II (World Health Organization, 2023).

Por esta razón, se recomienda el consumo de ácidos grasos trans y saturados no supere el 1 y 10%, respectivamente, de la ingesta calórica diaria, con el fin de mantener una alimentación sana. Asimismo, se aconseja su sustitución por ácidos grasos insaturados, cuya incorporación en la dieta ha demostrado reducir el riesgo de cardiopatías (World Health Organization, 2023).

Los aceites son una fuente rica en ácidos grasos insaturados, principalmente de poliinsaturados. Martínez et al. (2024) señalan que ciertos aceites vegetales contienen compuestos bioactivos, tales como polifenoles, vitaminas y minerales, los cuales otorgan beneficios adicionales a la salud junto a su perfil lipídico. Asimismo, indican que los aceites procedentes de semillas y frutos secos pueden conllevar un menor impacto ambiental en su producción al compararse con la mantequilla. A partir de esto, los aceites se consideran un candidato potencial para la sustitución de grasas en la industria alimenticia.

Sin embargo, la implementación directa de estos compuestos puede afectar las cualidades y la estabilidad de los alimentos, tales como los productos horneados (Kim et al., 2024). Manzoor et al. (2022) indican que los aceites no logran incorporarse en la matriz del alimento, generando bajas propiedades texturales en el producto final y perjudicando su calidad. Por esta razón, una de las soluciones planteadas es la estructuración de aceites líquidos en sistemas denominados oleogeles.

Los oleogeles son materiales semisólidos conformados por un aceite encapsulado dentro de una red tridimensional de gel, formada a partir de concentraciones bajas de uno o más agentes estructurantes o gelificantes (Cerqueira et al., 2024). De esta forma, estos sistemas lograrían imitar las propiedades texturales de las grasas convencionales, pero con un contenido lipídico alto en ácidos grasos insaturados, reducido en saturados y libre de ácidos grasos trans (Cerqueira et al., 2024).

Para la elaboración del oleogel, uno de los métodos más utilizados es el método *emulsion-template*, en el cual se emplean biopolímeros aprobados para uso alimentario. Este método consiste en la formación de una emulsión estable aceite en agua (*oil-in-water*, *O/W*) como resultado de la presencia del agente gelificante. Luego, se elimina el agua presente en la emulsión mediante un proceso de secado (secado convectivo, al vacío, liofilización). Finalmente, se obtiene un material semisólido seco, el cual es sometido a un proceso de homogeneización suave para la obtención del oleogel (Hu et al., 2023).

Un factor importante para la elaboración del oleogel es el agente gelificante. En el método *emulsion-template* se destacan los polisacáridos, tales como metilcelulosa (MC), quitosano, alginato e hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC). Éste último es un biopolímero anfifílico, es decir, presenta afinidad tanto por el agua como compuestos apolares y presenta propiedades uniformes a diferencia de otros hidrocoloides, lo cual favorece su uso en diversas aplicaciones alimentarias (Kim et al., 2024). Además, su consumo tiene efectos positivos en la salud tales como la disminución del colesterol, glucosa postprandial e insulina (Oh et al., 2019; Meng et al., 2018).

Diversos estudios han empleado HPMC como agente gelificante para la creación de oleogeles, en donde se observa que la concentración del polímero es una variable relevante para las características finales de estos sistemas, por ejemplo, al aumentar la dureza y captación de aceite (Saavedra et al., 2024; Espert et al., 2020; Lama et al., 2025). Estos últimos obtuvieron oleogeles de aceite de canola con concentraciones de HPMC desde 1,5 a 2,5 % p/p en la emulsión. Sin embargo, no se ha estudiado como afecta el peso molecular a distintas concentraciones en las propiedades del oleogel. Lo anterior puede ser de interés al evaluar el uso de diferentes tipos de HPMC en la elaboración de oleogeles a nivel de laboratorio y, posteriormente, industrial.

Por otra parte, una de las etapas cruciales del método *emulsion-template* es la formación de la emulsión estable *O/W*. La formación de emulsiones agua en aceite (*W/O*), aceite en agua en aceite (*O/W/O*) o agua en aceite en agua (*W/O/W*) son sistemas que, al someterse a una etapa de secado, tienden a colapsar, provocando la separación de fases e impidiendo la formación del oleogel. Por este motivo, resulta fundamental determinar las características fisicoquímicas de la emulsión, asegurando la gelificación del sistema y obtención del oleogel. Bengoechea et al. (2023) indica que los ensayos reológicos, tanto rotacionales como de deformación oscilatoria de baja amplitud, proporcionan información acerca de la microestructura y estabilidad física de emulsiones formadas a partir de

polímeros y partículas sólidas. De este modo, estos ensayos permitirían estudiar las propiedades fisicoquímicas de las emulsiones precursoras de oleogeles.

La adición de partículas sólidas para la estabilización de emulsiones, conocidas como emulsiones Pickering, ha sido ampliamente estudiada como una estrategia para mejorar su estabilidad. Estas partículas se sitúan en la interfase aceite-agua, formando una capa interfacial entre ambas fases (Yin et al., 2025). Entre los estabilizantes Pickering se destacan derivados de almidones, nanofibrillas de celulosa y quitina.

Este último es uno de los biopolímeros más abundantes de la naturaleza. Su estructura compacta y cristalina, resultante de sus fuertes enlaces intermoleculares, limita su solubilidad y reactividad en la mayoría de los disolventes (Oyatogun et al., 2020). La quitina proviene de los caparazones de diversos organismos como cangrejos, langostas y moluscos. Por esta razón, constituye uno de los subproductos más abundantes en la industria alimentaria marina, lo cual facilita su disponibilidad y adquisición (Oyatogun et al., 2020). Chevalier y Bolzinger (2013) reportan una mejora en la estabilidad de emulsiones Pickering con aceites comestibles al adicionar nanocristales de quitina, De esta forma, se puede plantear añadir partículas de este biopolímero en emulsiones y oleogeles con HPMC para mejorar la estabilidad de las emulsiones *O/W* y estructuración de los oleogeles.

De esta manera, el objetivo de este trabajo es el estudio de las propiedades reológicas, texturales y físicas de emulsiones y oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones y pesos moleculares de HPMC, además de la adición de micropartículas de quitina utilizando el método de *emulsion template*.

## **2. Objetivos**

### **2.1. Objetivo general**

Analizar las propiedades fisicoquímicas de emulsiones y oleogeles elaborados con aceite de girasol, evaluando la influencia del peso molecular y concentración de HPMC empleada, así como el efecto de la incorporación de micropartículas de quitina. En el caso de las emulsiones, se estudiará su comportamiento reológico y su microestructura mediante microscopía óptica. Para los oleogeles, se llevará a cabo su caracterización reológica y textural, el análisis colorimétrico y la evaluación de la capacidad de retención de aceite.

### **2.2. Objetivos específicos**

- Establecer las variables relevantes para definir la formulación de las emulsiones y de los oleogeles de acuerdo a la literatura.
- Estudiar el efecto de la concentración y peso molecular de HPMC utilizadas en las características fisicoquímicas de las emulsiones y oleogeles con diferentes aceites.
- Analizar el efecto de la adición de quitina en las características fisicoquímicas de las emulsiones y oleogeles de aceite de girasol con HPMC.
- Proponer modelos reológicos que describan adecuadamente la estructura y comportamiento viscoso de las emulsiones realizadas.

### 3. Metodología

#### 3.1. Preparación de las emulsiones de aceite de girasol con HPMC

Para la elaboración de las emulsiones con HPMC, se estipula el estudio de dos variables: el tipo de HPMC (alto peso molecular o HPMC A; bajo peso molecular o HPMC B) y la concentración de HPMC (1,5; 2,0; 2,5% p/p en la emulsión) (Lama, et al., 2025). En la sección 7.3.1. de los Anexos se detalla el listado de materiales empleados para la elaboración de las emulsiones y, por consiguiente, los oleogel. En la tabla 3.1 se muestra la sistematización del diseño experimental junto con la nomenclatura asignada.

*Tabla 3.1: Diseño experimental para la obtención de emulsiones y oleogel de aceite de girasol con HPMC.*

Tipo de aceite	Tipo de HPMC	$c_{HPMC}$ (% p/p emulsión)	$c_{HPMC}$ (% p/p oleogel)	Nomenclatura Emulsión	Nomenclatura Oleogel
Girasol	B	1,5	2,9	B-1,5	B-2,9
		2,0	3,8	B-2,0	B-3,8
		2,5	4,7	B-2,5	B-4,7
	A	1,5	2,9	A-1,5	A-2,9
		2,0	3,8	A-2,0	A-3,8
		2,5	4,7	A-2,5	A-4,7

La preparación de las emulsiones con aceite de girasol y HPMC, se realiza de acuerdo con la metodología descrita por Saavedra et al. (2024). Se emplea la misma masa de emulsión total (100 g) y relación aceite en agua (50:50 p/p) en todos los sistemas. En primera instancia, se pesan 50 g de aceite de girasol en un vaso precipitado de 200 mL mediante un granatario (Germini BV, modelo Mettler PJ3000 Balans, Países Bajos) (Figura 7.19, sección 7.3. de Anexos).

Luego, se dispersa la cantidad de HPMC correspondiente en el aceite en agitación continua utilizando un agitador continuo de 4 hélices (IKA-WERK RW 20 DZM, Staufen, Alemania) (Figura 7.20, sección 7.3. de Anexos) a 280 rpm durante 5 min. Debido a la higroscopicidad del HPMC, la masa del polímero necesaria se determina de acuerdo con la ecuación 7.18 de la sección 7.4. de Anexos.

Posteriormente, se añade paulatinamente agua fría (~10°C) para la hidratación del polímero manteniendo la misma agitación durante 30 s. Por último, para la formación de la emulsión, se utiliza un sistema conformado por una unidad de dispersión de alta energía (Ultraturrax T-25 Basic, IKA-

WEK, Staufen, Alemania) y un agitador orbital (P-Selecta, modelo Rotaterm, España) tal como se muestra en la figura 7.21 de la sección 7.3. de Anexos.

La mezcla se sitúa sobre el agitador orbital y, a continuación, se desciende el homogeneizador hasta su inmersión en el sistema, procurando que la boquilla del equipo no toque el fondo del vaso. La homogeneización consta de dos ciclos continuos de 6500 rpm durante 15 s y 17500 rpm durante 60 s, manteniendo simultáneamente una agitación orbital a 120 rpm. Con la realización de los primeros sistemas experimentales, se fija la altura del homogeneizador Ultraturax en su soporte con el fin de evitar diferencias en la altura de aplicación del equipo. La emulsión resultante se deja reposando a temperatura ambiente durante 20 min.

### 3.2. Preparación de las emulsiones de aceite de girasol con HPMC y quitina

Para la elaboración de las emulsiones con HPMC y quitina, se estipula el estudio de la concentración de las micropartículas en la emulsión y oleogel. Para todos los sistemas se mantiene a misma cantidad de emulsión total final (100 g), concentración, tipo de HPMC y relación aceite-agua. La concentración y tipo de HPMC seleccionado es de un 1,5% (p/p) y bajo peso molecular. Esta elección es debido a que este sistema presenta los módulos elástico y viscoso más bajos al estudiar los espectros mecánicos de las emulsiones.

En la tabla 3.2 se muestra la sistematización del diseño experimental junto con su nomenclatura correspondiente.

*Tabla 3.2: Diseño experimental para las emulsiones y oleogel de aceite de girasol con HPMC y quitina.*

Tipo de aceite	Tipo de HPMC	$c_{HPMC}$ (% p/p en emulsión)	$c_{Quitina}$ (% p/p en emulsión)	$c_{Quitina}$ (% p/p en oleogel)	Nomenclatura Emulsión	Nomenclatura Oleogel
Girasol	B	1,5	0,5	0,9	Q-0,5	Q-0,95
			1,0	1,9	Q-1,0	Q-1,89
			1,5	2,8	Q-1,5	Q-2,81

La preparación de las emulsiones con aceite de girasol, HPMC y quitina se realiza de acuerdo con la metodología descrita en la sección 3.2. En primera instancia, se pesan 50 g de aceite de girasol en un vaso precipitado de 200 mL. Luego, se dispersa las cantidades de HPMC y quitina correspondiente en el aceite, en agitación continua bajo las mismas condiciones de agitación empleado para las emulsiones con sólo HPMC.

Posteriormente, se añade paulatinamente agua fría ( $\sim 10^{\circ}\text{C}$ ) para la hidratación del polímero manteniendo la misma agitación durante 30 s. La homogeneización consta de dos ciclos continuos de 6500 rpm durante 15 s y 17500 rpm durante 60 s, manteniendo en agitación oscilatoria a 120 rpm por parte del orbital. La emulsión resultante se deja reposando a temperatura ambiente durante 20 min.

### 3.3. Formación del oleogel

Una vez transcurrido el tiempo de reposo, las emulsiones se secan por convección para la formación del oleogel. Para ello, la emulsión es distribuida en placas Petri de 11,5 cm de diámetro, las cuales son previamente pesadas en una balanza granataria. La cantidad de emulsión depositada en cada placa depende del espesor seleccionado. En este trabajo, se utiliza un espesor de 0,20 cm, lo que corresponde a una masa de emulsión de 19,20 g por placa. Para cada sistema experimental se emplean 5 placas.

Las placas son introducidas en un secadero de aire convectivo (Angelantoni, Challenge 250, Italia) (Figura 7.22, sección 7.3. de Anexos) con el fin de eliminar el agua y promover la gelificación del HPMC. Las condiciones del secado son: temperatura de  $80^{\circ}\text{C}$ , humedad relativa de 10% y una velocidad de aire de 2 m/s. Las placas son retiradas hasta un contenido de humedad final menor a 0,01 g  $\text{H}_2\text{O/g}$  sólido seco. El tiempo de secado total varía entre 120 y 160 min, aumentando con la concentración de HPMC, independiente del peso molecular y adición de quitina.

Al alcanzar la humedad final objetivo, se obtiene un sólido gelificado en cada placa, las cuales se dejan enfriar durante 30 min a temperatura ambiente. Transcurrido el tiempo, los sólidos secos son cortados con una espátula para ser depositados en un vaso precipitado. Posteriormente, son triturados usando un homogeneizador Ultraturrax a una velocidad de 9500 rpm, hasta la obtención del oleogel. Este proceso finaliza hasta obtener una pasta homogénea, verificando la ausencia de sólidos sin triturar con la ayuda de una espátula.

El oleogel obtenido se dispuso en cubiteras plásticas con dimensiones de 20x30x20 mm previamente recubiertas con papel de aluminio. Se depositan 5 g de muestra para cada cubo, nivelando su superficie con una espátula. Posteriormente, la cubitera es envuelta con film y refrigerada a  $2^{\circ}\text{C}$  durante 2 h. Transcurrido este tiempo, las muestras se retiran y atemperan durante 15 min antes de su caracterización.

### 3.4. Caracterización reológica

La caracterización reológica de las emulsiones es llevada a cabo en un reómetro de esfuerzo controlado (Anton Para Physica, MCR 301, Graz, Austria) (Figura 7.23, sección 7.3. de Anexos). Para

todos los ensayos se utiliza una geometría plato-plato de diámetro de 50 mm. La distancia entre platos (gap) empleada es de 1,0 y 1,5 mm para las emulsiones y oleogeles, respectivamente. La temperatura de ensayo para todos los sistemas es de 25°C controlada por una celda Peltier. Para el control y monitoreo del equipo se usa el software RheoCompass v1.35.

Antes del procedimiento, la muestra, colocada entre la geometría del reómetro, se mantiene en reposo durante 15 min para evitar interferencias en los ensayos producto de la recuperación del material. En el caso de las emulsiones, el material es sellado con parafina en sus bordes para evitar la evaporación del agua. Para las emulsiones, los ensayos son realizados en el siguiente orden: barrido de deformación, barrido de frecuencias y curva de flujo. Por su parte, los oleogeles son sometidos a un barrido de deformación, seguido de barrido de frecuencias y rampas de temperatura.

El barrido de deformación tiene como finalidad determinar la región viscoelástica lineal del material (sección 7.2.2. de Anexos). Esta prueba es realizada en un rango de deformación ( $\gamma$ ) desde 0,01 a 100% para las emulsiones; y 0,01 a 10% para los oleogeles. La frecuencia aplicada es de 1 Hz para todos los sistemas.

Con la determinación de la región viscoelástica lineal, se procede al barrido de frecuencias para estudiar la estructura de los sistemas, es decir, el comportamiento de los módulos elástico o de almacenamiento ( $G'$ ) y viscoso o de pérdida ( $G''$ ) en función de la frecuencia (sección 7.2.2. de Anexos). El ensayo es realizado en un rango de frecuencias ( $f$ ) de 0,01 a 10 Hz para todos los sistemas. La deformación empleada en las emulsiones es de un 1%, en cambio, los oleogeles son sometidos a una deformación de un 0,1%.

Los espectros mecánicos de las emulsiones con HPMC de alto peso molecular son modelizados con el modelo generalizado de Maxwell para barridos de frecuencia (ecs. 7.15 y 7.16 de la sección 7.2.2. de Anexos). Se escoge realizar el ajuste con cuatro elementos debido a que describe adecuadamente el comportamiento reológico de los sistemas (sección 7.3.4. de Anexos).

Las emulsiones son sometidas un ensayo rotacional para determinar su comportamiento viscoso, en donde se mide la viscosidad aparente ( $\eta$ ) del material, sometido a diferentes velocidades de cizalla ( $\dot{\gamma}$ ). Esta prueba es llevada a cabo en tres rampas (subida-bajada-subida) entre una velocidad de cizalla desde 0,01 hasta 1,0  $s^{-1}$  para las emulsiones. Para las emulsiones preparadas con HPMC A y B, se utiliza los modelos de Cross-Williamson y Casson, respectivamente (ecs. 7.4 y 7.6 de la sección 7.2.1. de Anexos).

Por último, para estudiar el comportamiento térmico de los oleogeles se realizan 3 rampas de calentamiento y 2 rampas de enfriamiento entre 25 y 80°C a una velocidad de 3°C/min de forma alternada, descartando la primera rampa de calentamiento por motivos de acondicionamiento de la muestra. Para los oleogeles de aceite de girasol se aplican una deformación de un 0,1% y una frecuencia de 1 Hz durante los ensayos.

### 3.5. Microestructura de las emulsiones

El estudio de la microestructura de las emulsiones se lleva a cabo mediante microscopía óptica, con el fin de cuantificar la distribución del tamaño de gotas. Para ello, se toma una pequeña muestra de emulsión con una espátula, la cual es depositada sobre un portaobjetos. Luego, se coloca un cubreobjetos sobre la muestra y se aplicó una nivelación con 2 pesas de 100 g. La muestra es situada en un microscopio óptico (Zeiss Axioskop 40, Jena, Alemania) equipado con una cámara digital (Nikon D70, Tokio, Japón). Se toman 6 fotografías en distintas zonas de la muestra para obtener una población representativa de gotas con la ayuda del software MicroscopeVIS Pro-Camera v2.0 (KERN & SOHN GmbH, Balingen, Alemania). Las imágenes son tomadas utilizando un lente con un aumento de x20. Para cada sistema experimental se analizan 6 muestras. El tratamiento de las imágenes se describe en la sección 7.3.3. de los anexos. De esta forma, se calculan los diámetros promedio ( $d_p$ ) y de Sauter ( $D_{3,2}$ ) para cada sistema experimental (ecs 7.20 y 7.21 de la sección 7.3.4. de Anexos).

### 3.6. Propiedades texturales de los oleogeles

Para el análisis de la textura de los oleogeles, se preparan cilindros de oleogel con un diámetro de 19,51 mm usando un sacabocados. Las muestras son sometidas a un análisis del perfil de textura, (*TPA*, en inglés). El equipo utilizado es un texturómetro TA.XTPlus (Stable Micro System, Surrey, Reino Unido) equipado con una sonda cilíndrica de 25 mm de diámetro (SMS P/S25) (Figura 7.24, sección 7.3.1. de Anexos). El ensayo consiste en 2 compresiones consecutivas hasta un 50% de la altura inicial de la compresión (parámetro ingresado previamente en el software), con una velocidad de descenso de 1 mm/s y una fuerza umbral aplicada de 0,1 N.

Al finalizar el ensayo, el equipo proporciona los resultados representados en una curva de fuerza (N) en función del tiempo (s) (Figura 7.25, sección 7.3.1. de Anexos). De acuerdo con estos datos, se obtienen los parámetros de dureza, adhesividad, cohesividad y elasticidad (Tabla 3.3) (Stable Micro Systems, s.f.), mediante una macro presente en el programa del texturómetro. Por cada punto experimental se realizaron 4 ensayos.

*Tabla 3.3: Parámetros texturales determinados a partir de los ensayos de textura (Stable Micro Systems, s.f.).*

Parámetro	Valor
Dureza (N)	F2
Adhesividad (N·s)	Área 5
Cohesividad (-)	$\frac{\text{Área 4:6}}{\text{Área 1:3}}$
Elasticidad (%)	$\frac{\Delta t \text{ 4:5}}{\Delta t \text{ 1:2}} \cdot 100$

### 3.7. Color de los oleogeles

El color de los oleogeles se mide utilizando un colorímetro (Konica Minolta CR-400, Osaka, Japón) previamente calibrado mediante una placa calibradora (Figura 7.26, sección 7.3.1. de Anexos). Los parámetros, definidos dentro del espacio CIELAB y proporcionados por el equipo son: luminosidad ( $L^*$ ), índice de rojo-verde ( $a^*$ ) e índice de amarillo-azul ( $b^*$ ) (Figura 7.27, sección 7.3.1. de Anexos). La luminosidad indica si la muestra es más clara ( $+L^*$ ) u oscura ( $-L^*$ ). Por otra parte, el índice rojo-verde indica si los tonos de las muestras son más verdosos ( $a^* < 0$ ) o rojizos ( $a^* > 0$ ). Por último, el índice azul-amarillo indica si los tonos de las muestras son más azulados ( $b^* < 0$ ) o amarillentos ( $b^* > 0$ ). Con estos parámetros, se calculan el croma ( $C^*$ ) y el ángulo de tonalidad ( $h^*$ ) (Ecs. 3.1 y 3.2) (Konica Minolta, s.f.). Se realizan 4 ensayos por cada sistema para el análisis estadístico de los resultados.

$$C^*(-) = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad \text{Ecuación 3.1}$$

$$h^*(^\circ) = \text{atan2}\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad \text{Ecuación 3.2}$$

### 3.8. Retención de aceite de los oleogeles

La retención de aceite se realiza a cabo de acuerdo con el procedimiento descrito por (Lama et al., 2024). Se utilizan 6 tubos Eppendorf, pesados previamente, en donde se introdujo aproximadamente 1 g de oleogel en cada tubo. Posteriormente, las muestras son centrifugadas en un centrífuga para tubos (HW12, Lan technic) a 13500 rpm durante 25 min (Figura 7.28, sección 7.3.1. de Anexos). Posteriormente, se extrae el aceite sobrenadante de cada tubo, depositándolo en un tubo Eppendorf vacío. Las muestras centrifugadas se pesan nuevamente para determinar la masa de aceite retenido.

El porcentaje de retención de aceite (*Oil Binding Capacity*; OBC) se calcula a partir de la ec. 3.3 derivada de las expresiones descritas por Lama et al. (2024).

$$OBC (\%) = \frac{m_2 - m_t}{m_1 - m_t} \cdot 100 \quad \text{Ecuación 3.3}$$

donde  $m_1$  y  $m_2$  son las masas (g) de la muestra y tubo antes y después de la centrifugación, y  $m_t$  es la masa (g) del tubo Eppendorf.

### 3.9. Análisis estadístico

Para el estudio estadístico, se lleva a cabo un análisis de varianza como modelo lineal general, empleando un nivel de confianza del 95% ( $P < 0,05$ ) y utilizando el software IBM SPSS Statistics 29 (SPSS 29, Chicago, Illinois, USA). Para los sistemas con HPMC, la variable independiente es la concentración de HPMC, manteniendo el tipo de polímero fijo. En cambio, para los sistemas con HPMC y quitina, la variable independiente es la concentración de este último polímero. Las variables dependientes del estudio son los parámetros del modelo generalizado de Maxwell y viscosidad aparente (Casson y Cross-Williamson), el diámetro promedio y Sauter, las propiedades texturales, retención de aceite y los parámetros de color.

#### 3.9.1. Modelación reológica

En los modelos reológicos (curvas de flujo y espectros mecánicos) se realiza un ajuste por mínimos cuadrados utilizando la herramienta Solver (MS Excel). Asimismo, se emplean una lista de parámetros estadísticos para el ajuste de los modelos con respecto a los datos experimentales obtenidos (Ecs. 7.22 a 7.27, sección 7.3.5. de los Anexos) (Moreira et al., 2017).

De acuerdo con estas ecuaciones, el ajuste debe tener como objetivos los siguientes: el coeficiente de determinación  $R^2$  sea lo más cercano a 1, la suma del cuadrado del error  $SSE$  sea prácticamente 0 y que  $\varphi$  alcance un valor lo más alto posible (Moreira et al., 2017). Para las curvas de flujo, el coeficiente de determinación es el único parámetro objetivo para el ajuste. En cambio, para los espectros mecánicos, el coeficiente de determinación, la suma de cuadrado del error y el parámetro de bondad fueron los parámetros objetivos para el ajuste.

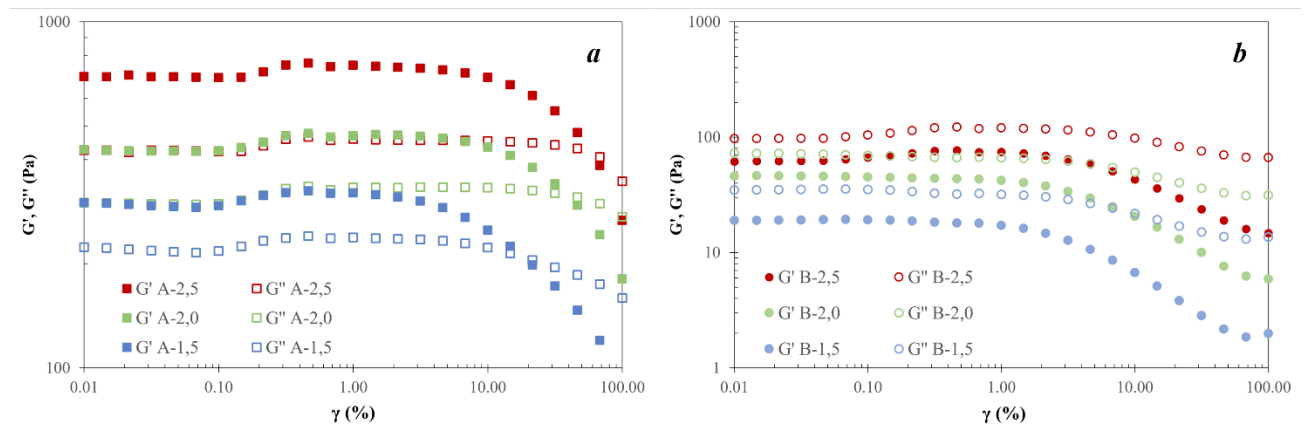
## 4. Resultados y discusión

### 4.1. Caracterización de las emulsiones

#### 4.1.1. Reología de las emulsiones

##### a. Emulsiones de aceite de girasol y HPMC

En la figura 4.1 se muestran los resultados obtenidos del barrido de deformación aplicado en las emulsiones de aceite de girasol con HPMC de alto y bajo peso molecular a diferentes concentraciones.



**Figura 4.1:** Barrido de deformación de las emulsiones de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC.

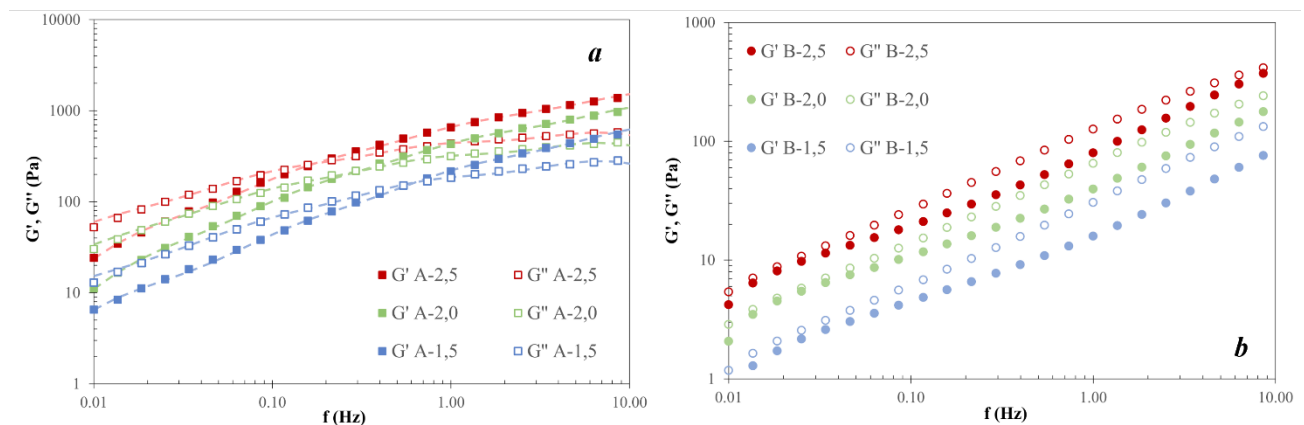
Se observa una región viscoelástica lineal, en donde predomina ligeramente un carácter elástico ( $G' > G''$ ) para los sistemas con HPMC A. En el caso de HPMC B, se observa el comportamiento ligeramente viscoso ( $G'' > G'$ ). De acuerdo con Lama et al. (2025), este último comportamiento sugiere una baja estabilidad de la emulsión. Cabe destacar que existen desviaciones de ambos módulos entre un 0,1 y 1% de deformación. Sin embargo, estas zonas permanecen a la región viscoelástica lineal, ya que el módulo elástico ( $G'$ ) no se desvía más de un 10% del valor inicial. Asimismo, el aumento de la concentración de HPMC en la emulsión conlleva a un incremento de ambos módulos viscoelásticos, por ende, una mayor fuerza para la deformación de la emulsión (Lama et al., 2025).

En los sistemas con HPMC A se observa que las emulsiones presentan un punto de flujo ( $G' = G''$ ) a deformaciones altas, la cual aumenta con una mayor concentración. En la sección 7.4.1. de Anexos se detalla la relación entre la concentración de HPMC A con la deformación de flujo. El comportamiento reológico de estas emulsiones concuerda con lo descrito por Espert et al. (2024) al estudiar la reología de emulsiones a partir de aceite de girasol, HPMC con similar rango de

viscosidades aparentes y una relación  $O/W$  de un 47%. Asimismo, Meng et al. (2018) encontró un comportamiento semejante con emulsiones de aceite de soja, goma xantana y concentraciones de 0,2% a 1,0% de HPMC. En este último indica que una mayor concentración de HPMC conlleva a una mayor estructuración de la emulsión, lo cual es lo observado en las emulsiones preparadas. Para las emulsiones con HPMC B, Lama et al. (2025) encontraron resultados similares con el efecto de la concentración del polímero en emulsiones de aceite de canola. Asimismo, Bengoechea et al. (2023) indica que este comportamiento reológico es bastante común en sistemas con baja viscosidad.

Por último, se observa que las emulsiones con HPMC A presentaron un LVR más amplio con respecto a las preparadas con HPMC B para una misma concentración. lo cual indica una mayor resistencia frente a la deformación de estos sistemas (Sección 7.4.1. de Anexos). Con lo descrito anteriormente, se observa se puede escoger una deformación de un 1,0% para la aplicación del barrido de frecuencias, evitando cambios irreversibles en la estructura del material y estandarizando el protocolo para el barrido de frecuencias.

Una vez determinada la región viscoelástica lineal, se puede analizar la estructura de las emulsiones (espectro mecánico). En la figura 4.2 se muestran los espectros mecánicos al aplicar un barrido de frecuencias en las emulsiones de aceite de girasol.



**Figura 4.2:** Espectros mecánicos de las emulsiones de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC. Las líneas --- corresponden al modelo generalizado de Maxwell de cuatro elementos obtenido para cada sistema.

Para las emulsiones con HPMC A, se puede observar, a bajas frecuencias, un comportamiento predominantemente viscoso ( $G'' > G'$ ). Con el aumento de la frecuencia, ambos módulos aumentan sus valores hasta un punto de gel ( $G' = G''$ ), donde posteriormente el módulo elástico sobrepasa al viscosos a altas frecuencias, indicando un comportamiento predominantemente sólido. Este

comportamiento corresponde a las regiones terminal y de transición de un sistema polimérico líquido, producto del entrelazamiento de las cadenas del polímero (Bengoechea et al., 2023) y la relación  $O/W$  utilizada que provoca un alto empaquetamiento de las gotas (Martínez et al., 2022). Asimismo, los sistemas estudiados corresponden a emulsiones con débil o nula floculación (Bengoechea et al., 2023).

El aumento de la concentración de HPMC, influye en la aparición del punto de gel. En la sección 7.4.2. se describe el comportamiento de la frecuencia y tiempo de relajación de estos sistemas con la concentración de HPMC A. Se realizó la modelización de los espectros mecánicos utilizando el modelo de Maxwell generalizado con 4 elementos. Los valores de cada módulo de rigidez y tiempo de relajación para cada concentración de HPMC A en la emulsión se recogen en la tabla 3.1. Para una concentración dada, los módulos de rigidez aumentaron y los tiempos de respuesta disminuyeron entre elementos de Maxwell. Conjuntamente, los módulos de rigidez de cada uno de los elementos de Maxwell aumentaron con la concentración de HPMC A mientras que los tiempos de respuesta variaron en un estrecho margen y permanecieron constantes para los elementos 3 y 4, indicando que el carácter viscoelástico no varió de modo relevante en los distintos elementos. Asimismo, el ajuste resultó adecuado al observar los valores de los parámetros de calidad, en donde se obtuvieron elevados coeficientes de determinación, suma de cuadrados de errores bajos y parámetros de bondad bastante altos.

**Tabla 4.1: Parámetros del modelo generalizado de Maxwell de cuatro elementos para las emulsiones de aceite de girasol y HPMC A. Las diferentes letras (a, b, c) y (A, B, C) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) entre las medias de los módulos de rigidez y tiempos de relajación del elemento  $i$ -ésimo para cada concentración de HPMC A a partir del test de Duncan, respectivamente.**

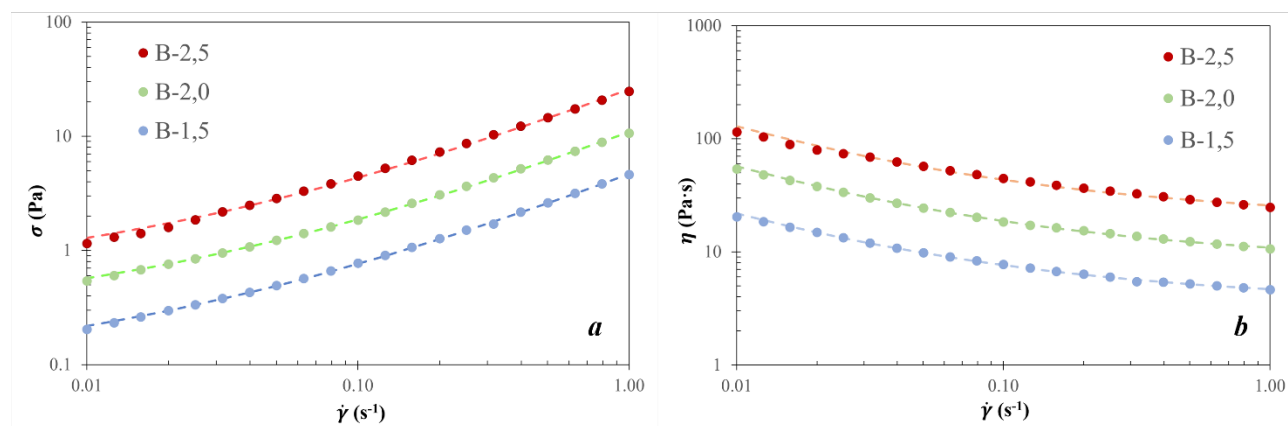
Sistema	Elementos de Maxwell					$R^2$	SSE (Pa <sup>2</sup> )	$\varphi$ (Pa <sup>-1</sup> )
	$i$	1	2	3	4			
A-1,5	$G_i$ (Pa)	12,34±0,02 <sup>a</sup>	63,97±0,03 <sup>a</sup>	230,63±0,01 <sup>a</sup>	507,74±0,02 <sup>a</sup>	0,99	0,01	3380,35
	$\tau_i$ (s)	96,82±0,01 <sup>A</sup>	8,87±0,01 <sup>A</sup>	1,21±0,01 <sup>A</sup>	0,13±0,01 <sup>A</sup>			
A-2,0	$G_i$ (Pa)	34,44±0,01 <sup>b</sup>	159,14±0,01 <sup>b</sup>	405,19±0,01 <sup>b</sup>	791,06±0,01 <sup>b</sup>	0,99	0,01	5881,91
	$\tau_i$ (s)	63,62±0,01 <sup>B</sup>	7,99±0,01 <sup>B</sup>	1,16±0,01 <sup>B</sup>	0,13±0,01 <sup>A</sup>			
A-2,5	$G_i$ (Pa)	65,46±0,01 <sup>c</sup>	269,87±0,01 <sup>c</sup>	567,76±0,01 <sup>c</sup>	1012,43±0,01 <sup>c</sup>	0,99	0,01	10326,33
	$\tau_i$ (s)	70,79±0,01 <sup>C</sup>	8,09±0,01 <sup>C</sup>	1,11±0,01 <sup>A</sup>	0,13±0,01 <sup>A</sup>			

En los sistemas con HPMC B presentan un comportamiento predominantemente líquido en todo el intervalo de frecuencia, lo cual puede corresponderse a la región viscosa o terminal del material (Bengoechea et al., 2023). Todas las emulsiones mostraron similares valores de los módulos elástico

y viscoso a bajas frecuencias, particularmente con el aumento de la concentración de HPMC. Sin embargo, no se determinó un entrecruzamiento de los módulos en ninguno de los sistemas. A frecuencias medias y altas, el módulo elástico permaneció por debajo del módulo viscoso. No obstante, en la emulsión de mayor (2,5%) concentración de HPMC se observó un acercamiento de ambos módulos a altas frecuencias. Estos resultados coinciden con lo visto por Lama et al. (2025) en emulsiones de aceite de canola y HPMC.

Por otra parte, independiente del peso molecular, el aumento de la concentración del polímero conlleva un aumento de los valores de los módulos elástico y viscoso, lo cual repercute en una mejora de la estabilidad del sistema (Bengoechea et al., 2023). Por último, al comparar los valores de  $G'$  y  $G''$  de las emulsiones, los sistemas con HPMC B presentan módulos viscoelásticos menores en comparación con las emulsiones con las mismas concentraciones de HPMC A.

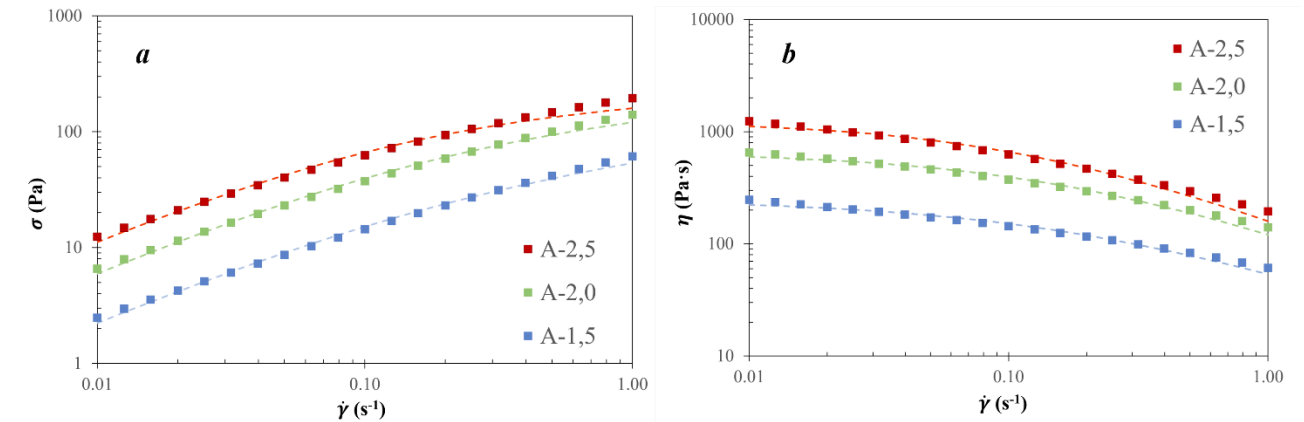
La última prueba reológica realizada en las emulsiones con aceite de girasol fue la determinación de la curva de flujo. En la figura 4.3 se muestra el esfuerzo y viscosidad aparente en función de la velocidad de cizalla para las emulsiones de HPMC B.



**Figura 4.3:** Curva de flujo (a) y viscosidad aparente (b) de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC B. Las líneas - - - corresponden a los ajustes realizados a partir del modelo de Casson para cada concentración de HPMC.

Se observa un comportamiento pseudoplástico en todas las concentraciones ensayadas, es decir, hay una disminución de la viscosidad con la velocidad de cizalla. El esfuerzo y la viscosidad presentaron curvas con forma cóncava hacia arriba y hacia abajo con la velocidad de cizalla, respectivamente. El aumento de la concentración del polímero provoca un aumento de los valores de esfuerzo y viscosidad en todo el rango estudiado. De la misma forma, Lama et al. (2025) encontró el mismo comportamiento pseudoplástico en emulsiones de aceite de canola empleando HPMC con el mismo rango de viscosidades aparentes.

En las figura 4.4 se muestran las curvas de flujo y viscosidad aparente en función de la velocidad de cizalla de las emulsiones de aceite de girasol con HPMC A.



**Figura 4.4:** Curva de flujo (a) y viscosidad aparente (b) de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC A. Las líneas - - - corresponden al ajuste realizado a partir del modelo de Cross-Williamson para cada concentración de HPMC.

Al igual que los sistemas con HPMC B, las emulsiones con HPMC A muestran un comportamiento pseudoplástico en todas las concentraciones. Es decir, existe una disminución de la viscosidad con la velocidad de cizalla. En este caso, las curvas del esfuerzo y viscosidad presentan ambas una forma cóncava hacia abajo. Asimismo, el aumento de la concentración del polímero provoca un aumento de los valores de esfuerzo y viscosidad en todo el rango estudiado. El comportamiento viscoso y el rango de viscosidad de las emulsiones coincide con lo visto por Espert et al. (2024).

Al comparar las emulsiones de HPMC B y A a concentración constante, se determinaron que los esfuerzos y las viscosidades son mucho mayores en los sistemas con HPMC A. Por ejemplo, para los sistemas con una concentración de 2,0% de HPMC, el rango de viscosidad va desde aproximadamente 150 a 650 Pa·s para HPMC A, mientras que para HPMC B, el rango es de aproximadamente de 10 a 60 Pa·s. Esto indica que las emulsiones con HPMC A presentan viscosidades aproximadamente 10 veces superiores que las de HPMC B.

Debido al comportamiento pseudoplástico, se modelizan estas representaciones de acuerdo con lo modelos reológicos descritos en esta memoria. En la tabla 4.2 y tabla 4.3, se muestran los parámetros del modelo de Casson y Cross-Williamson para las emulsiones de HPMC B y A con diferentes concentraciones, respectivamente.

**Tabla 4.2:** Parámetros del modelo de Casson en las emulsiones de aceite de girasol con HPMC B. Las diferentes letras (a, b, c) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) entre las medias para cada concentración de HPMC B a partir del test de Duncan.

$c_{HPMC}$ (% p/p)	1,5	2,0	2,5
$\sigma_c$ (Pa)	0,08 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,22 ± 0,01 <sup>b</sup>	0,49 ± 0,02 <sup>c</sup>
$\eta_c$ (Pa·s)	3,54 ± 0,03 <sup>a</sup>	8,01 ± 0,01 <sup>b</sup>	19,19 ± 0,04 <sup>c</sup>
$R^2$	1,00	0,99	0,99
SSE (Pa <sup>2</sup> )	0,00	0,00	0,01
$\varphi$ (Pa <sup>-1</sup> )	14930,54	10889,20	1116,34

**Tabla 4.3: Parámetros del modelo de Cross-Williamson en las emulsiones de aceite de girasol con HPMC A. Las diferentes letras (a, b, c) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) entre las medias para cada concentración de HPMC A a partir del test de Duncan.**

$c_{HPMC}$ (% p/p)	1,5	2,0	2,5
$k$ (s <sup>1-n</sup> )	3,63 ± 0,29 <sup>a</sup>	4,42 ± 0,46 <sup>b</sup>	6,78 ± 0,66 <sup>c</sup>
$1 - n$ (-)	0,75 ± 0,04 <sup>a</sup>	0,83 ± 0,01 <sup>b</sup>	0,89 ± 0,02 <sup>c</sup>
$R^2$	0,98	0,98	0,98
SSE (Pa·s) <sup>2</sup>	75,62	455,64	1899,97
$\varphi$ (Pa·s) <sup>-1</sup>	2,218	0,89	0,35

Para las emulsiones con HPMC B, el esfuerzo y viscosidad críticos aumentaron significativamente sus valores con la concentración de HPMC. Esto concuerda con los esfuerzos de cizalla obtenidos para cada concentración. Además, el modelo de Casson ajusta adecuadamente las curvas de flujo para estos sistemas ya que se obtuvo un coeficiente de determinación con valores superiores a 0,99, suma de cuadrados del error cercano a 0 y valores de parámetros de bondad altos para todas las concentraciones y como se puede corroborar en la figura 4.3.

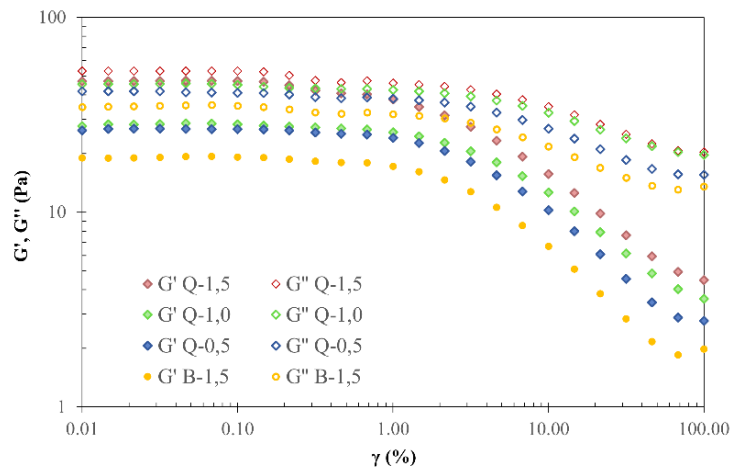
Para las emulsiones con HPMC A, el índice de consistencia aumenta significativamente su valor con la concentración de polímero. En cambio, se observa un aumento del índice de flujo con la concentración del polímero, lo cual significa una atenuación del comportamiento pseudoplástico. El modelo de Cross-Williamson no ajusta completamente los datos experimentales, tal y como indican los parámetros de bondad, particularmente a altas velocidades de cizalla. Esto se puede mejorar reduciendo el rango de velocidad o utilizar otros modelos viscosos (modelo de Carreau, Ellis, Cross) (Bengoechea, et al., 2023). En la sección 7.4.3. de Anexos se detalla la relación entre los parámetros viscosos de cada uno de los modelos con su respectiva concentración de HPMC.

Lo descrito en el barrido de deformación y frecuencia indica que la reología de las emulsiones está influenciada por el peso molecular del polímero (comportamientos elástico o viscoso predominantes, puntos de flujo y gel) y la concentración de HPMC (mayores módulos viscoelásticos y estabilidad).

Estas variables además diferencian el comportamiento viscoso de los sistemas los cuales fueron modelizadas adecuadamente con el modelo de Casson (HPMC B) pero no lo suficiente con el modelo de Cross-Williamson (HPMC), lo cual sugiere realizar alguna modificación en el estudio de estos sistemas.

### b. Emulsiones de aceite de girasol, HPMC y micropartículas de quitina

De acuerdo con los espectros mecánicos resultantes del barrido de frecuencias aplicado en las emulsiones de aceite de girasol, se escoge el sistema “B-1,5” para estudiar el efecto de la presencia de micropartículas de quitina tanto en la emulsión como en el oleogel. La razón de esta elección es que el sistema con menores valores de los módulos viscoelásticos de los sistemas estudiados. En la figura 4.5 se muestran los resultados obtenidos del barrido de deformación aplicado en las emulsiones de aceite de girasol con HPMC y diferentes concentraciones de quitina.



**Figura 4.5:** Barrido de deformación de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y micropartículas de quitina.

Se observa una región viscoelástica lineal, en donde el  $G'' > G'$  a todas las concentraciones de quitina estudiadas. Sin embargo, a la mayor concentración se observó una menor diferencia entre ambos módulos (particularmente a bajas deformaciones), y una menor región viscoelástica lineal. No obstante, ambos módulos aumentaron con la concentración de quitina. Se escoge una deformación de 0,1% para la realización del barrido de frecuencia en las emulsiones debido al acortamiento de la LVR en el sistema de mayor concentración.

En la figura 4.6 se muestran los espectros mecánicos al aplicar un barrido de frecuencia en las emulsiones de aceite de girasol con micropartículas de quitina.

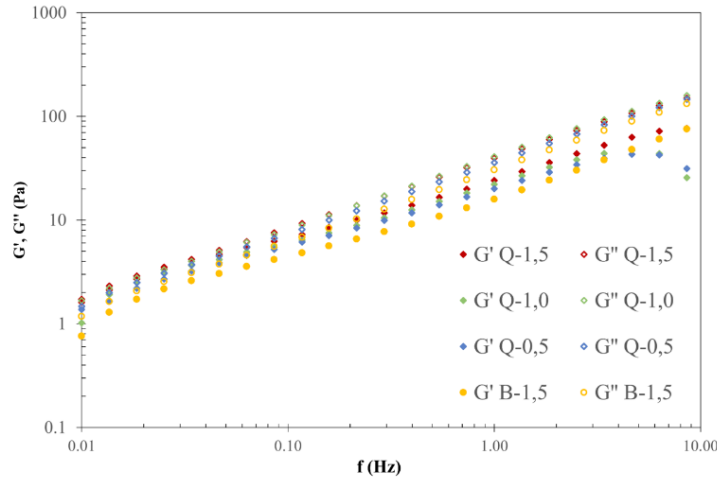


Figura 4.6: Espectro mecánico de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y micropartículas de quitina.

Las emulsiones presentaron el mismo comportamiento reológico para todas las concentraciones de quitina al igual que la emulsión con sólo HPMC y la variación con la frecuencia de ambos módulos fue similar (misma pendiente de las curvas) independientemente de la cantidad de quitina adicionada.

En la figura 4.7 se observan las curvas de flujo, esfuerzo y viscosidad aparente en función de la velocidad de cizalla, para las emulsiones con micropartículas de quitina.

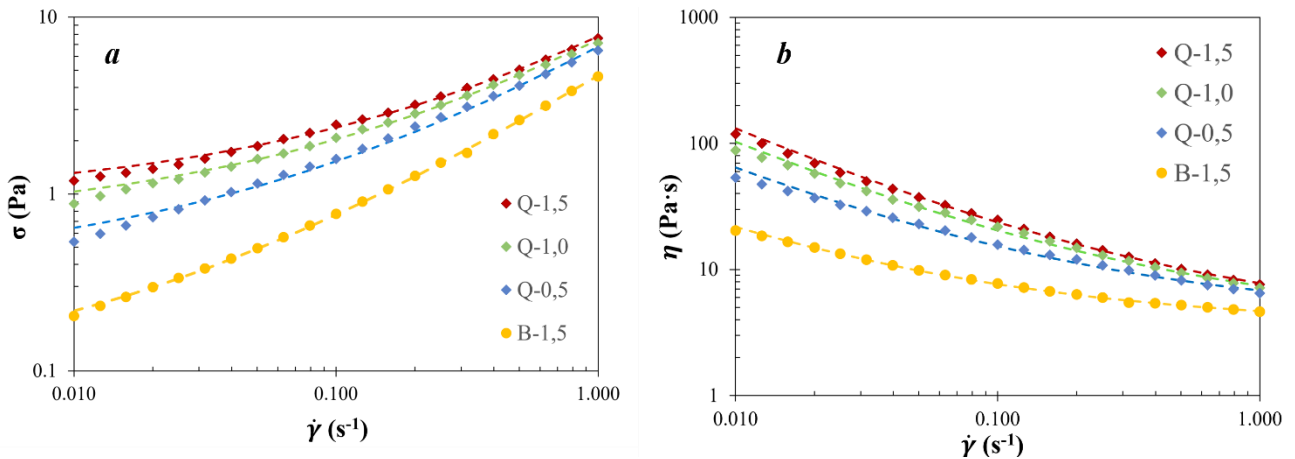


Figura 4.7: Curva de flujo (izquierda) y viscosidad aparente (derecha) de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y micropartículas de quitina. Las líneas - - - corresponden a los ajustes realizados a partir del modelo de Casson para cada concentración de HPMC.

Todos las emulsiones fueron pseudoplásticas y las viscosidades aparentes, fundamentalmente a bajas velocidades de cizalla, aumentaron de modo relevante con la concentración de quitina. Debido al comportamiento pseudoplástico, se modelizaron de acuerdo con lo realizado en las emulsiones de HPMC B. En la tabla 4.4, se muestran los parámetros del modelo de Casson para estas emulsiones con quitina.

**Tabla 4.4: Parámetros del modelo de Casson en las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y quitina. Las diferentes letras (a, b, c, d) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) entre las medias para cada concentración de quitina a partir del test de Duncan.**

$c_{Quitina}$ (% p/p)	Sin quitina	0,5	1,0	1,5
$\sigma_c$ (Pa)	$0,08 \pm 0,01^a$	$0,36 \pm 0,03^b$	$0,68 \pm 0,02^c$	$0,93 \pm 0,02^d$
$\eta_c$ (Pa·s)	$3,54 \pm 0,05^b$	$4,02 \pm 0,21^a$	$3,61 \pm 0,14^b$	$3,32 \pm 0,13^c$
$R^2$	0,99	0,996	0,997	0,997
SSE (Pa <sup>2</sup> )	0,001	0,001	0,001	0,001
$\varphi$ (Pa <sup>-1</sup> )	14930,54	1049,66	2105,637	2149,929

Para estas emulsiones el esfuerzo crítico aumenta significativamente con la concentración de quitina; por su parte, la viscosidad crítica aumentó significativamente desde un valor de 3,54 (0% de quitina) a 4,02 Pa·s (0,5% de quitina). Sin embargo, con el incremento de la concentración, la viscosidad crítica disminuye su valor incluso por debajo del sistema sin quitina. El modelo de Casson ajusta satisfactoriamente las curvas de flujo de estas emulsiones a velocidades de cizalla intermedias y altas. Sin embargo, a bajas velocidades ( $0,01 - 0,03 \text{ s}^{-1}$ ), el ajuste del modelo pierde algo de calidad.

#### 4.1.2. Microscopía de las emulsiones

##### a. Emulsiones de aceite de girasol y HPMC

La microestructura de las emulsiones de aceite de girasol se estudió mediante microscopía óptica. A partir de ello, se analiza el diámetro promedio y el diámetro de Sauter para cada emulsión. En la tabla 4.5 se muestra los diámetros promedio ( $d_p$ ) y de Sauter ( $D_{3,2}$ ) de las emulsiones con HPMC A y B.

**Tabla 4.5: Influencia de la concentración y tipo de HPMC sobre el diámetro promedio y de Sauter de las emulsiones de aceite de girasol. Las diferentes letras (a, b, c) y (A, B, C) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) entre las medias para cada concentración de HPMC A y B respectivamente a partir del test de Duncan.**

Tipo de HPMC	$c_{HPMC}$ (% p/p en emulsión)	$d_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{3,2}$ ( $\mu\text{m}$ )
Alto peso molecular	1,5	$54,2 \pm 35,7^c$	$94,9 \pm 36,5^c$
	2,0	$40,0 \pm 33,3^b$	$81,6 \pm 34,1^b$
	2,5	$34,6 \pm 14,6^a$	$45,2 \pm 15,1^a$
Bajo peso molecular	1,5	$47,8 \pm 27,6^C$	$75,9 \pm 27,6^C$
	2,0	$42,3 \pm 24,6^B$	$70,5 \pm 21,6^B$
	2,5	$33,6 \pm 14,6^A$	$49,0 \pm 17,4^A$

Los diámetros promedio variaron entre 54,2 y 34,6  $\mu\text{m}$  para las emulsiones con HPMC A; y entre 47,8 y 33,6  $\mu\text{m}$  para las emulsiones con HPMC B. Así, un aumento de la concentración de HPMC disminuye significativamente el diámetro de las gotas de aceite. Esta misma relación se nota con los diámetros de Sauter para las emulsiones de HPMC A y B. Bengoechea et al. (2023) indican que las emulsiones con mayores módulos viscoelásticos presentan un tamaño promedio de gota menor, lo cual concuerda con lo visto en los espectros mecánicos de las emulsiones con diferentes concentraciones de HPMC con mismo tamaño de polímero.

Por otra parte, los diámetros promedio y de Sauter fueron mayores en las emulsiones con HPMC A. Esto puede estar relacionado con el mayor peso molecular del polímero y la viscosidad de la fase continua que logran evitar que las gotas de mayor tamaño logren romperse. Sin embargo, los valores obtenidos difieren de los determinados por Sanz et.al., (2015) quienes obtuvieron modas de diámetros entre 1 y 10  $\mu\text{m}$  en la distribución de tamaño de una emulsión de aceite de girasol con una concentración HPMC de 2,0%. Esto sugiere que es necesario corroborar los resultados con nuevas mediciones o utilizar otros métodos de análisis de tamaño de gota para determinar si coinciden con lo indicado en la literatura. No obstante, el efecto de la concentración sobre el diámetro de gota concuerda con lo visto por Meng et al., (2018) al estudiar emulsiones de aceite de soja estabilizadas con HPMC de alta y baja viscosidad, y goma xantana como agente espesante.

### b. Emulsiones de aceite de girasol, HPMC y micropartículas de quitina

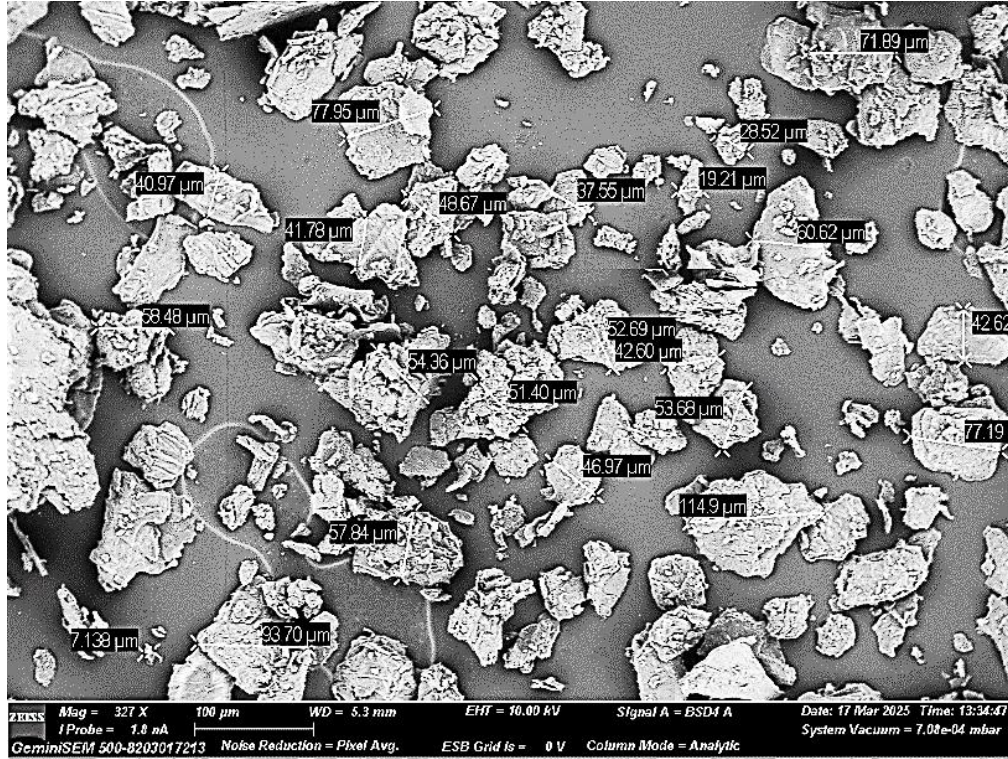
En la tabla 4.6 se muestra los diámetros promedio ( $d_p$ ) y de Sauter ( $D_{3,2}$ ) de las emulsiones con micropartículas de quitina.

**Tabla 4.6: Influencia de la concentración y tipo de HPMC sobre el diámetro promedio y de Sauter de las emulsiones de aceite de girasol. Las diferentes letras (A) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) entre las medias para cada concentración de quitina a partir del test de Duncan.**

$c_{\text{Quitina}}$ (% p/p en emulsión)	$d_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{3,2}$ ( $\mu\text{m}$ )
Sin quitina	47,8 $\pm$ 27,9 <sup>A</sup>	76,0 $\pm$ 27,5 <sup>A</sup>
0,5	48,9 $\pm$ 28,5 <sup>A</sup>	78,9 $\pm$ 29,0 <sup>A</sup>
1,0	42,0 $\pm$ 23,1 <sup>A</sup>	74,8 $\pm$ 23,1 <sup>A</sup>
1,5	44,4 $\pm$ 27,1 <sup>A</sup>	74,3 $\pm$ 28,1 <sup>A</sup>

Se observa que los diámetros promedio variaron entre 42,0 y 48,9  $\mu\text{m}$  para las emulsiones, mientras que los diámetros de Sauter variaron entre 74,3 y 78,9  $\mu\text{m}$ . Así, se nota que la presencia de quitina no condujo a un cambio de los diámetros de gota en la emulsión. Esto posiblemente es debido al tamaño

de las partículas de quitina que no logran situarse en la interfase oleosa-acuosa. Para corroborar esta hipótesis, en la figura 4.8 se muestran las partículas de quitina en solución acuosa en donde se indica su longitud determinada por microscopía electrónica de barrido.



*Figura 4.8: Distribución de partículas de quitina mediante microscopía electrónica de barrido.*

Las partículas de quitina presentan una longitud entre 20 y 100  $\mu\text{m}$ , es decir, un tamaño del mismo orden que los diámetros de las gotas de aceite de la emulsión sin quitina. Estos resultados parecieron indicar que las partículas de quitina no lograron situarse en las interfases de las gotas debido a su tamaño. Es así como, a pesar de la presencia de quitina en la emulsión, no implica un cambio significativo en su microestructura, lo cual mostró concordancia con el comportamiento visto en los espectros mecánicos de las emulsiones.

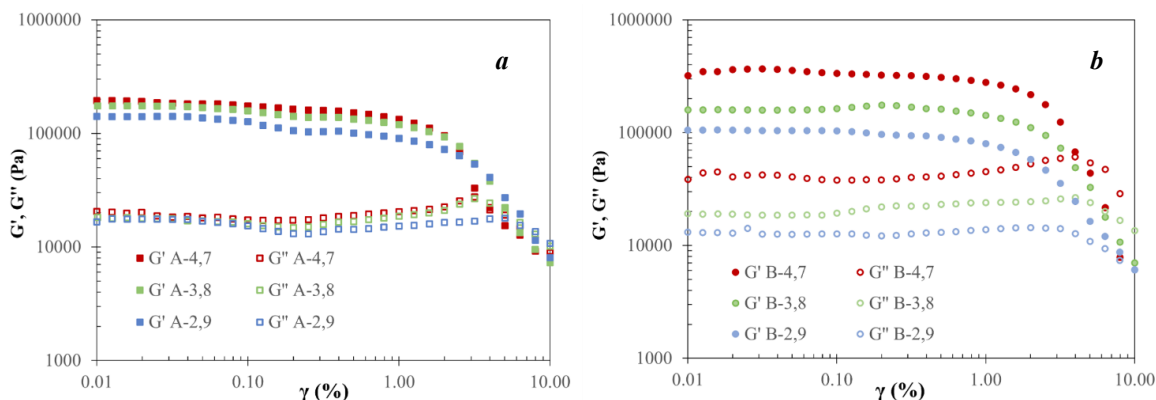
De acuerdo con Low et al., (2020), para una mayor estabilización de la emulsión y disminución del tamaño de gota, el tamaño de las partículas sólidas debe ser de al menos un orden de magnitud más pequeño que el tamaño de gota. Baraki et al., (2021) encontraron el mismo comportamiento en emulsiones de aceite de girasol estabilizadas con nanofibrillas de quitina regenerada ( $\sim 50 \text{ nm}$ ). De esta forma, para observar un efecto de la quitina en la emulsión con HPMC, es necesario preparar nanopartículas de quitina con un tamaño no superior a 4  $\mu\text{m}$ , estudiando su morfología previamente.

## 4.2. Caracterización del oleogel

### 4.2.1. Reología de los oleogeles

#### a. Oleogeles de aceite de girasol: Influencia del tipo y concentración de HPMC

En la figura 4.9 se muestran los resultados obtenidos del barrido de deformación aplicado en los oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones y tipo de HPMC.



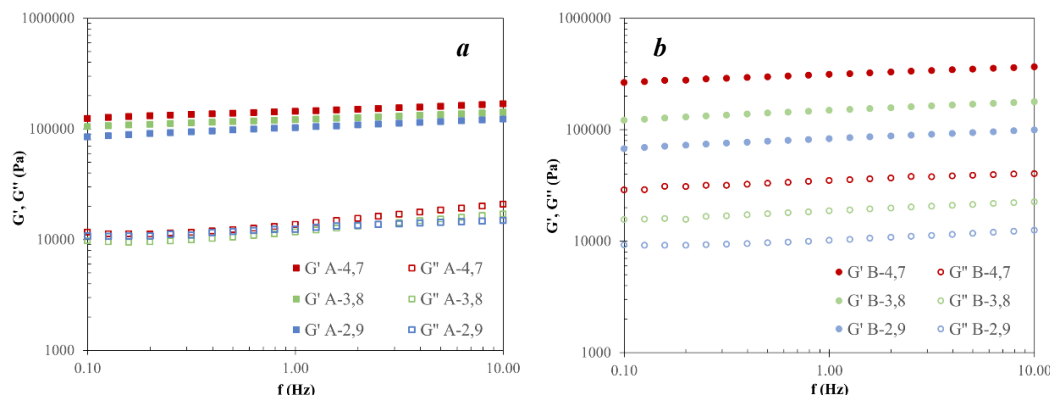
**Figura 4.9:** Barrido de deformación de las oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC.

El módulo elástico permanece por encima del módulo viscoso en todos los sistemas y rango de deformación aplicado. De la misma forma, se observa un punto de flujo ( $G' = G''$ ) en todos los sistemas, cuyas condiciones resultaron ser afectadas con la concentración de polímero. Asimismo, se determina una clara influencia de la concentración del polímero sobre el valor de los módulos viscoelásticos cuando se emplea HPMC B. En cambio, para los oleogeles con HPMC A, los módulos aumentan con la concentración de polímero en un rango muy estrecho.

Los oleogeles presentaron regiones viscoelásticas lineales más acotadas que las exhibidas por las emulsiones, producto de mayores valores de módulos elásticos. En los oleogeles con HPMC B, se observa un aumento de los puntos de fluencia con la concentración, pasando de 0,3 a 0,8% de deformación entre los oleogeles con 2,9 a 4,7% de HPMC. Esto indica que la región viscoelástica lineal se expande a medida que aumenta la concentración de HPMC B. Al contrario, los oleogeles con HPMC A presentaron puntos de fluencias iguales, con una deformación de fluencia de 0,1%. Esto implica que las regiones viscoelásticas lineal de los tres sistemas son iguales entre sí, a pesar del aumento de la concentración del polímero. Por ende, los oleogeles con HPMC B presentan una mayor región viscoelástica lineal en comparación con los preparados con HPMC A.

El comportamiento reológico y el efecto de la concentración de HPMC A de los oleogeles con la deformación es observado por Meng et al., (2018) al estudiar oleogeles de aceite de soja provenientes de emulsiones con concentraciones de 0,2 a 1,0%. De la misma forma, Espert et al., (2020) obtienen resultados semejantes con oleogeles preparados con HPMC A con concentraciones de un 1,1; 2,1 y 4,1%, con valores de módulos similares. Por otra parte, Lama et al. (2025) observan el mismo comportamiento en oleogeles de aceite de canola empleando HPMC B, indicando que la influencia de la concentración provoca una mayor estructuración del gel y encapsulamiento del aceite. Por último, a partir de los resultados obtenidos, se utilizó una deformación de un 0,1% para el barrido de frecuencia.

Una vez determinada la región viscoelástica lineal, ya se pudo analizar la estructura de los oleogeles. En la figura 4.10 se muestran los espectros mecánicos al aplicar un barrido de frecuencia en los oleogeles de aceite de girasol.



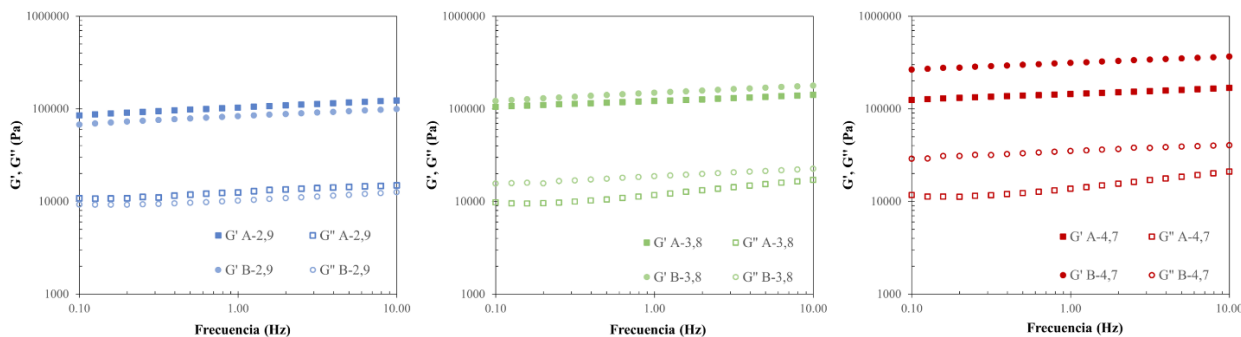
**Figura 4.10:** Espectros mecánicos de las oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones de alto (a) y bajo (b) peso molecular de HPMC.

Para los oleogeles con HPMC A se observa un comportamiento sólido ( $G' > G''$ ) para todos los sistemas en el rango de frecuencias aplicado, además de una robusta fuerza del gel debido a la débil dependencia del módulo elástico con respecto a la frecuencia (Espert et al., 2020). Por otra parte, al aumentar la concentración de HPMC varió el carácter viscoelástico del oleogel ya que aumentó ligeramente el módulo elástico, sin apenas variar el módulo viscoso. Lo anterior indica que la estructuración del gel es similar a pesar de la mayor concentración del polímero (Meng et al., 2018).

De la misma forma, se observa un claro comportamiento sólido y una robusta fuerza de gel en los oleogeles con HPMC B. Además, se nota una amplia diferencia entre los valores de cada módulo con respecto a la variación de la concentración del polímero. Las diferencias entre valores de los módulos

con la concentración se pueden relacionar con la disminución del diámetro de gota al incrementar la concentración del polímero. Al tener gotas de menor tamaño, puede haber más facilidad de interacciones polímero-polímero durante la gelificación del HPMC y con ello una estructuración más compacta.

En la figura 4.11 se muestran los espectros mecánicos para los oleogel con HPMC A y B a una concentración fija para estudiar el efecto de cada tipo en el oleogel.



**Figura 4.11:** Efecto del tipo de HPMC sobre las propiedades mecánicas de los oleogel de aceite de girasol y HPMC.

A concentraciones bajas e intermedias, no se aprecian diferencias entre los módulos elástico y viscoso por el tamaño de polímero empleado. A concentraciones altas, existen diferencias entre los módulos viscoelásticos de los oleogel, siendo mayores en el oleogel con HPMC B, lo cual indica una mayor estructuración del gel.

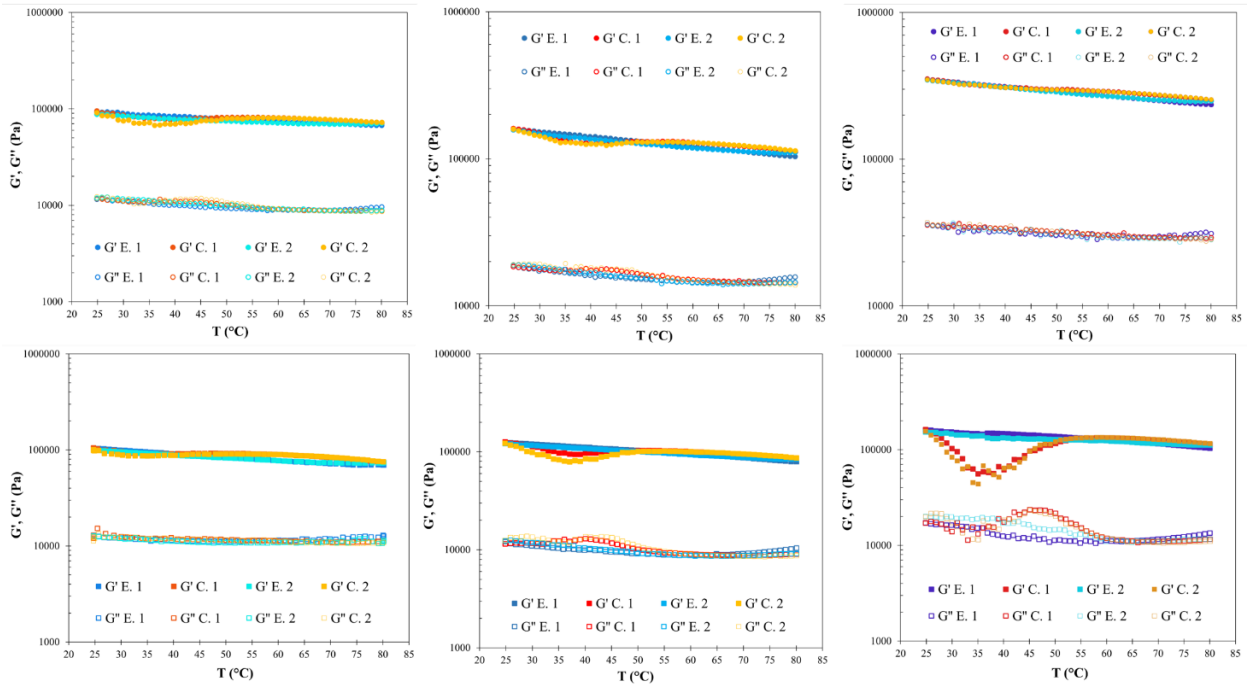
Estas diferencias pueden deberse al tamaño del polímero. Las gotas de aceite son atraídas por los grupos hidrofóbicos presentes en las cadenas poliméricas. Un mayor tamaño del polímero puede provocar que una cadena presente una mayor presencia de gotas de aceite en su cercanía por sus grupos hidrofóbicos, generando una alta densidad de gota en la emulsión. Como se describió anteriormente, las emulsiones con HPMC A resultaron tener una alta densidad de gota visto en el barrido de frecuencias. Esto pudo haber provocado un entorpecimiento en las interacciones de las cadenas a través de los grupos hidrofílicos durante la gelificación. Lo anterior conlleva a una encapsulación del aceite y estructuración semejante del gel a pesar de aumentar la concentración del polímero, coincidiendo con lo visto en el barrido de frecuencia de los oleogel.

Al emplear HPMC B por debajo de concentraciones de 3,8 %, se puede indicar una similar estructuración al igual que los oleogel preparados con la misma concentración de HPMC A. Este fenómeno se puede explicar por un menor tamaño del polímero, lo cual no alcanza a ser suficiente para generar una mayor red tridimensional del gel. Sin embargo, a una concentración de un 4,7% de

HPMC B y baja densidad de gota, provocó que las cadenas poliméricas pudiesen interactuar más entre sí, generando una mayor estructuración y encapsulamiento del aceite, a diferencia de lo observado en el oleogel preparado con HPMC A a una misma concentración.

Otros estudios encontraron comportamientos reológicos similares y su efecto de la concentración en oleogeles preparados con HPMC, los cuales indican que el incremento de los módulos y su débil dependencia frente a la frecuencia se debe al aumento de la presencia del polímero. (Lama et al., 2025; Wang et al., 2023; Espert et al., 2020).

Para evaluar la termosensibilidad de los oleogeles se realizaron rampas de temperatura desde 25 a 80°C. En las figura 4.12 se muestran los módulos elástico y viscoso de los oleogeles de aceite de girasol con HPMC B y A en función de la temperatura.



**Figura 4.12:** Efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de los oleogeles de aceite de girasol a distintas concentraciones de HPMC alto y bajo peso molecular. a) B-2,9. b) B-3,8. c) B-4,7. d) A-2,9. e) A-3,8. f) A-4,7. E: Rampa de enfriamiento. C: Rampa de calentamiento.

Todos los sistemas presentaron comportamiento predominantemente sólido en todo el intervalo de temperatura, debido a que el módulo elástico permaneció en todo momento por encima del módulo viscoso, indicando que no hay cambios de fase (Lama et al., 2025). Los oleogeles con alta concentración (4,7%) de HPMC B no presentaron cambios con la temperatura, es decir, son termoestables. En el caso de los sistemas “B-3,8” y “B-2,9”, al aplicar las rampas de calentamiento,

se observó una ligera disminución del módulo elástico entre 30 y 45°C con un tenue aumento del módulo viscoso entre 40 y 50°C.

Para los sistemas con HPMC A, el oleogel con la concentración más baja de polímero, no presentó cambios con la temperatura. En el caso de los sistemas “A-4,7” y “A-3,8”, se observa el mismo fenómeno descrito en los oleogeles con HPMC B. En las rampas de calentamiento,  $G'$  disminuyó entre 25 y 50°C y  $G''$  aumentó entre 35 y 50°C. Este fenómeno se debe a la aparición de interacciones polímero – polímero que generan un reordenamiento en el oleogel con el aumento de la temperatura (Matanović et al., 2014).

La termoestabilidad de oleogeles preparados con HPMC fue observado por Meng et al. (2018) y Wang et al. (2023). Estos últimos estudiaron el comportamiento térmico de oleogeles con HPMC y MC (metilcelulosa) preparados mediante los métodos *emulsión template* y *foam template*, encontrando que ambos sistemas presentaron una alta termosensibilidad. Se puede concluir que esta propiedad proviene de la gelificación de estos polisacáridos, fortaleciendo la integridad del aceite contenido frente a condiciones de temperatura variables.

### b. Efecto de la presencia de quitina en la reología de oleogeles de aceite de girasol

En la figura 4.13 se muestran los resultados obtenidos del barrido de deformación aplicado en los oleogeles de aceite de girasol, HPMC y diferentes concentraciones de quitina.

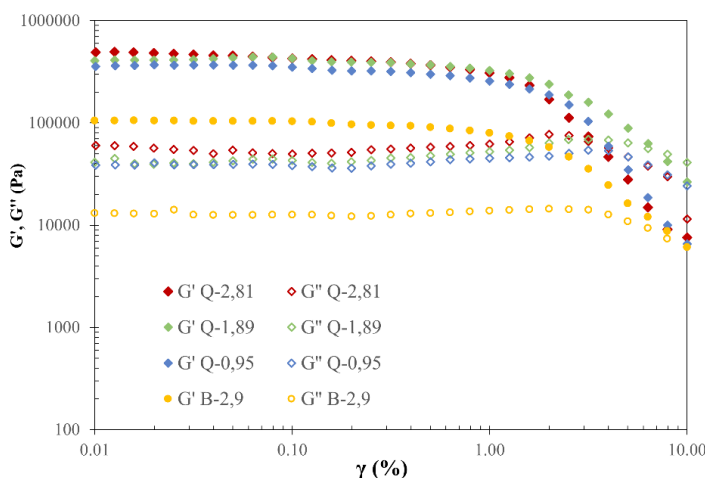
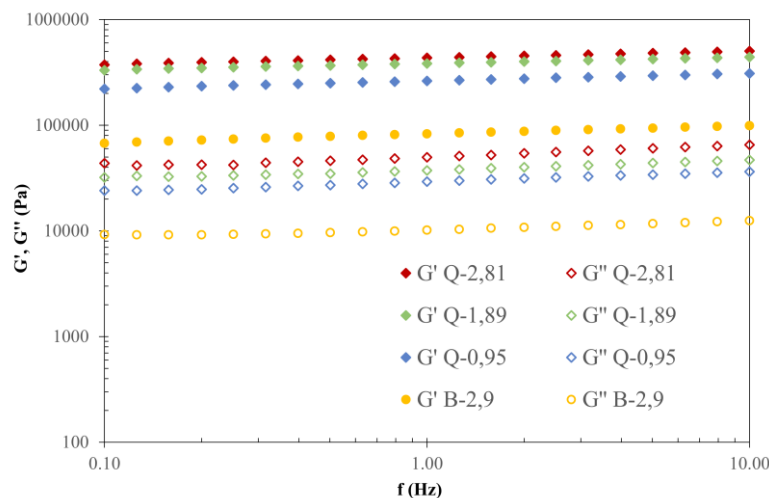


Figura 4.13: Barrido de deformación de oleogeles de aceite de girasol, HPMC y micropartículas de quitina.

Como es de esperar, el módulo elástico permaneció por encima del módulo viscoso en todos los oleogeles y rango de deformación aplicado. Se observa que la región viscoelástica lineal de todos los sistemas alcanzaba como mínimo un valor de 0,3% de deformación, aproximadamente. Asimismo, se

reconoce un aumento significativo del valor de los módulos entre los oleogeles con quitina y sin quitina. Por último, a partir de los resultados obtenidos, se establece utilizar una deformación de un 0,1% para el barrido de frecuencias.

En la figura 4.14 se muestran los espectros mecánicos al aplicar un barrido de frecuencia a los oleogeles de aceite de girasol, HPMC y quitina.



**Figura 4.14:** Barrido de frecuencia de oleogeles de aceite de girasol, HPMC y micropartículas de quitina.

Se observa un comportamiento sólido ( $G' > G''$ ) para todos los sistemas en el rango de frecuencias aplicado, además de una robusta fuerza de gel debido a la débil dependencia del módulo elástico con respecto a la frecuencia. Además, los módulos aumentaron con la presencia de la quitina. No obstante, este aumento dejó de ser significativo al pasar de una concentración de quitina de 1,89 a 2,81%. Esto puede indicar que hay interacciones entre el HPMC y las micropartículas de quitina que no interfirieron con gelificación del HPMC. Esto difiere con lo observado por Montes et al. (2025) en oleogeles de quitosano con vainillina y concentraciones de quitina desde 0,5 a 2,0 %, quienes notaron una disminución de los módulos viscoelásticos producto de la interferencia de las partículas Pickering. Sin embargo, el comportamiento observado puede deberse a que las partículas se situaron entre las aberturas de la red tridimensional del gel.

Por último, se realizaron rampas de temperatura desde 25°C a 80°C para evaluar la termoestabilidad de los oleogeles. En la figura 4.15 se muestran los módulos elástico, viscoso y factor de pérdida de los oleogeles de aceite de girasol, HPMC y quitina en función de la temperatura.

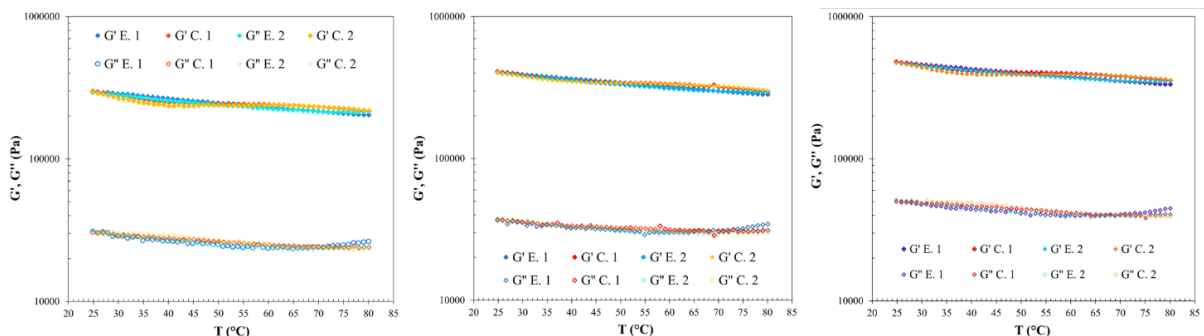


Figura 4.15: Efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de los oleogel de aceite de girasol y HPMC B con distintas concentraciones de quitina. a) Q-0,95. b) Q-1,89. c) Q-2,81. E: Rampa de enfriamiento. C: Rampa de calentamiento.

Todos los sistemas presentan el mismo comportamiento sólido en todo el intervalo de temperatura. A pesar del aumento del factor de pérdida en las rampas de enfriamiento y calentamiento, los sistemas con una concentración de 0,95 y 2,81% sin cambios relevantes con la temperatura. Así, la adición de quitina en el oleogel no provoca ningún cambio termoestructural en el rango de concentración estudiado, lo cual indica que la quitina no interfiere en la formación de la red del gel.

#### 4.2.2. Propiedades texturales de oleogel

##### a. Influencia del tipo y concentración de HPMC en la textura de los oleogel de aceite de girasol

En la figura 4.16 se muestra las propiedades texturales obtenidas a partir del ensayo TPA realizado a los oleogel de aceite de girasol.

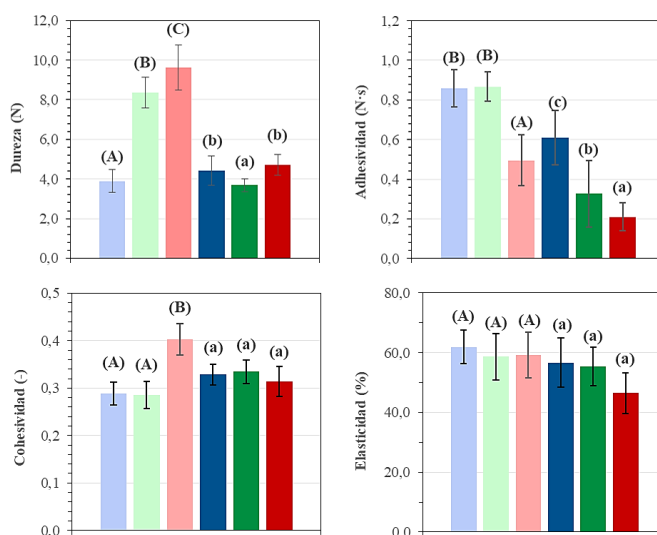


Figura 4.16: Efecto de la concentración y tipo de HPMC en las propiedades texturales de los oleogel de aceite de girasol. Tipo de HPMC: HPMC B (Colores claros). HPMC A (Colores oscuros). Concentraciones de HPMC (%): 2,9 (azul). 3,8

*(verde). 4,9 (rojo). Las diferentes letras (A, B, C) y (a, b, c) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de HPMC B y A, respectivamente*

En los oleogeles con HPMC B, la dureza varía entre 3,9 y 9,6 N, observándose un incremento significativo de este parámetro con el aumento de la concentración. Estas diferencias son estadísticamente significativas ( $P < 0,05$ ). Este comportamiento se relaciona con una mayor estructuración del gel, efecto ya observado en los módulos viscoelásticos de los espectros mecánicos. Lo anterior coincide con lo observado por Saavedra et al. (2024), en donde se obtienen valores de 1,0 y 2,5 N para concentraciones de un 1,0 y 2,0% de HPMC, respectivamente.

La adhesividad presenta valores de entre 0,5 y 0,8 N·s disminuyendo ( $P < 0,05$ ) cuando se emplea alta concentración de HPMC. Por su parte la cohesividad presenta un comportamiento inverso aumentando significativamente a alta concentración de HPMC. La elasticidad no varía significativamente ( $P = 0,254$ ) con valores cercanos al 60%.

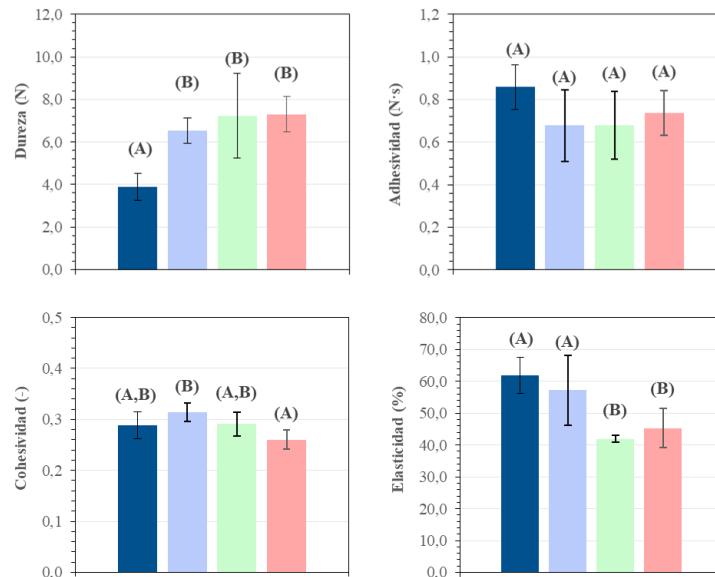
Para los oleogeles con HPMC A, la dureza varía en un estrecho rango entre 3,7 y 4,7 N, en donde no se registra una tendencia clara con respecto a la concentración de polímero. De igual forma, no se observan diferencias significativas entre las concentraciones baja y alta ( $P = 0,405$ ), pero sí existen diferencias para la concentración intermedia. Esto está en concordancia con la similitud del grado de estructuración del oleogel medido en los espectros mecánicos. Al comparar esta propiedad con las obtenidas en oleogeles de HPMC B, estos últimos presentan valores superiores y con diferencias significativas en las concentraciones intermedias y altas, por lo que el tipo de HPMC es una variable relevante en la dureza del oleogel. Sin embargo, los resultados obtenidos difieren de los observados por Espert et al. (2020), en donde hay un aumento de la dureza desde 0,83 a 6,99 N con incremento de la concentración de HPMC.

La adhesividad presenta valores entre 0,21 y 0,61 N·s. Se observa una dependencia significativa ( $P < 0,05$ ) negativa con la concentración de polímero. La comparación con los valores de adhesividad de oleogeles con HPMC A indica que el tamaño de HPMC es también influyente para esta propiedad. Por otra parte, la concentración de HPMC A no es una variable significativa para la cohesividad de los oleogeles ( $P = 0,221$ ), en donde se obtiene un valor promedio de 0,32. Meng et al. (2018) observaron este mismo comportamiento en oleogeles de aceite de soja.

Por último, la elasticidad de los oleogeles demuestra una relación negativa con la concentración de polímero, variando sus valores entre 46 y 55%, aunque sin diferencias significativas con la concentración ( $P = 0,146$ ).

### b. Efecto de la presencia de quitina en la textura de oleogel de aceite de girasol

En la figura 4.17 se muestran las propiedades texturales obtenidas a partir del ensayo de TPA realizado a los oleogel con aceite de girasol, HPMC y quitina.



**Figura 4.17:** Efecto de la concentración de quitina en las propiedades texturales de los oleogel de aceite de girasol y HPMC B. Presencia de quitina: Con quitina (Colores claros). Sin quitina (Color azul oscuro). Concentraciones de quitina (%): 0,95 (azul). 1,89 (verde). 2,81 (rojo). Las diferentes letras (A, B) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de quitina.

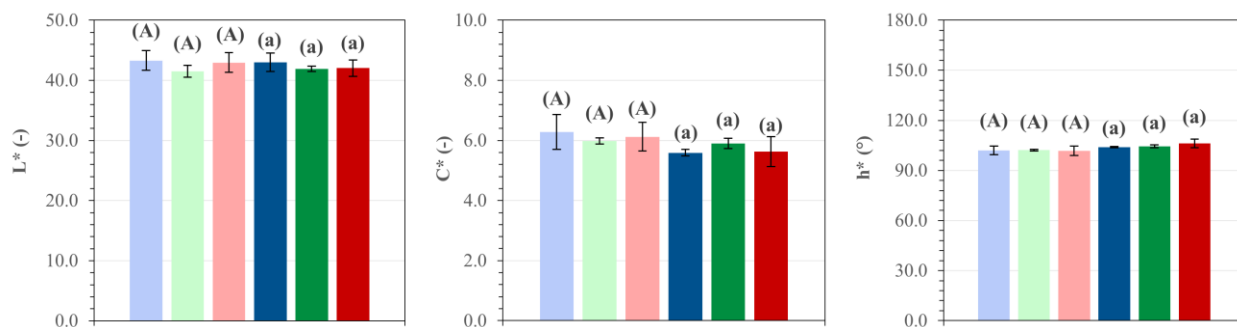
La adición de la quitina provoca que los oleogel resultantes sean significativamente más duros, aumentando desde 3,9 (0% de quitina) hasta 7,3 N (0,85% de quitina). Además, no se nota una variación significativa de los valores de esta propiedad con el aumento de la concentración de quitina. Este resultado difiere con Montes et al. (2025), quienes observaron una disminución de esta propiedad con la concentración de quitina en oleogel de quitosano y vainillina.

La adhesividad disminuye desde 0,86 (0% de quitina) hasta 0,68 N·s (0,95% de quitina). Así, esta propiedad se mantuvo constante (en torno a 0,70 N·s) con la presencia y concentración de quitina. La cohesividad aumenta significativamente con la presencia de la quitina desde 0,26 a 0,31, pero reduce su valor con el incremento de la concentración. Los resultados conjuntos de adhesividad y cohesividad relativos a la adición de quitina indican que su presencia favorece la afinidad entre el estructurante del oleogel en vez de preferir adherirse por contacto a otras superficies. Por último, la elasticidad de los oleogel varía entre 41,9 y 61,8%. No se observa una variación significativa de la elasticidad al adicionar quitina, pero, con el aumento de la concentración, disminuye significativamente su valor.

### 4.2.3. Color del oleogel

#### a. Color de oleogel de aceite de girasol

En la figura 4.18 se muestran los resultados obtenidos de luminosidad, croma ( $C^*$ ) e índice de tonalidad ( $h^*$ ) a partir de la colorimetría realizada a los oleogel preparados con aceite de girasol y HPMC.



**Figura 4.18:** Influencia de la concentración y tipo de HPMC en los parámetros de color de los oleogel de aceite de girasol. Tipo de HPMC: HPMC B (Colores claros). HPMC A (Colores oscuros). Concentraciones de HPMC (%): 2,9 (azul). 3,8 (verde). 4,9 (rojo). Las diferentes letras (a) y (A) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de HPMC B y A, respectivamente.

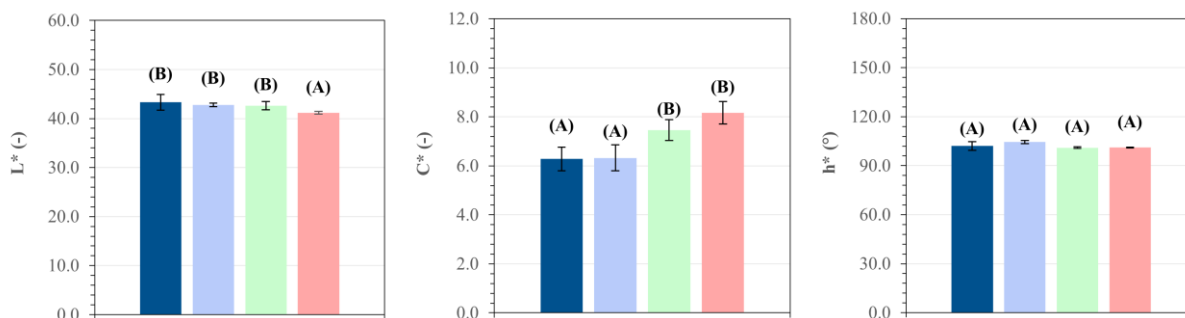
Para los oleogel con HPMC B, la luminosidad varía en un estrecho margen entre valores de 41,5 y 43,3 sin diferencias significativas ( $P = 0,120$ ) con la concentración de polímero. El mismo comportamiento ( $P = 0,245$ ), en un intervalo de 41,9 y 43,0, son observados para los con HPMC A. Estos resultados indican que, en el rango de estudio de la concentración de HPMC, tanto el tamaño del polímero como la concentración no afectan significativamente a la luminosidad de los oleogel. Esto dista de lo visto por Saavedra et al. (2024), en donde se registró un aumento de este parámetro con la concentración de HPMC, lo cual puede deberse al método de trituración utilizado para obtener el oleogel. No obstante, Lama et al. (2024) no observaron cambios de la luminosidad en oleogel de aceite de oliva con concentraciones de quitosano de un 0,7% y 0,8% utilizando un método de trituración similar.

El croma o intensidad del color de los oleogel con HPMC B varía entre 5,9 y 6,3. Al igual que la luminosidad, en esta propiedad no se encontraron diferencias significativas entre los sistemas ( $P = 0,335$ ). Este parámetro oscila entre 5,6 y 5,9 para los oleogel con HPMC A, sin diferencias significativas con la concentración. No obstante, se observan diferencias de croma entre el uso de HPMC B y A, siendo mayores en los primeros. Por tanto, el tamaño de HPMC tiene un leve efecto en la intensidad del color del oleogel.

Por último, para los oleogeles de HPMC B, el índice de tonalidad no registra variación con la concentración del polímero, presentando un valor constante aproximadamente de  $102^\circ$ . Esto indica que los oleogeles presentan un color amarillento. Asimismo, no se encuentran diferencias significativas entre los sistemas ( $P = 0,438$ ). La tonalidad de los oleogeles con HPMC A varía entre  $103^\circ$  y  $106^\circ$  (color amarillento), sin diferencias significativas con respecto a la concentración ( $P = 0,090$ ).

### b. Efecto de la presencia de quitina en el color de oleogeles de aceite de girasol

En la figura 4.19 se muestran los resultados obtenidos a partir de la colorimetría realizada a los oleogeles preparados con aceite de girasol, HPMC y quitina.



**Figura 4.19:** Efecto de la concentración de quitina en los parámetros de color de los oleogeles de aceite de girasol y HPMC B. Presencia de quitina: Con quitina (Colores claros). Sin quitina (Color azul oscuro). Concentraciones de quitina (%): 0,95 (azul). 1,89 (verde). 2,81 (rojo). Las diferentes letras (A, B) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de quitina.

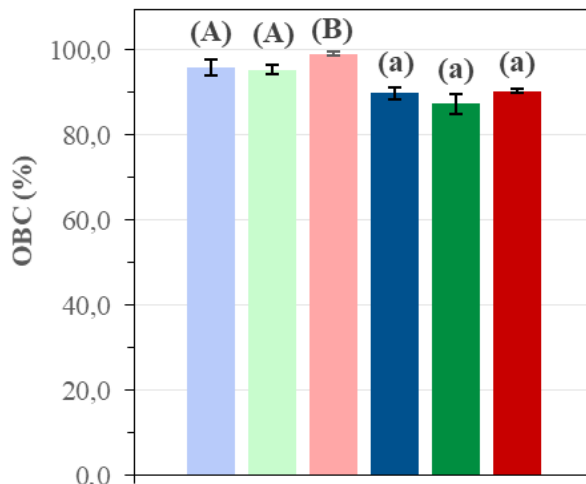
La luminosidad disminuye desde 43,0 a 41,1 con la presencia y concentración de quitina, siendo significativa ( $P < 0,05$ ) a la mayor concentración. Por otro lado, el croma aumenta significativamente desde 6,3 a 8,2 con la presencia y concentración de quitina. Por último, el índice de tonalidad varía entre 101,0 a 104,4°, sin alteraciones significativas con la concentración de quitina ( $P = 0,429$ ).

### 4.2.4. Retención de aceite

La retención de aceite (*OBC*) es un variable fundamental para analizar la efectividad de la estructuración del oleogel sobre el encapsulamiento del aceite y de la estabilidad física del sistema.

#### a. Oleogeles de aceite de girasol

En la figura 4.20 se observa la capacidad de retención de aceite (*OBC*) obtenido de lo oleogeles preparados con aceite de girasol y HPMC.



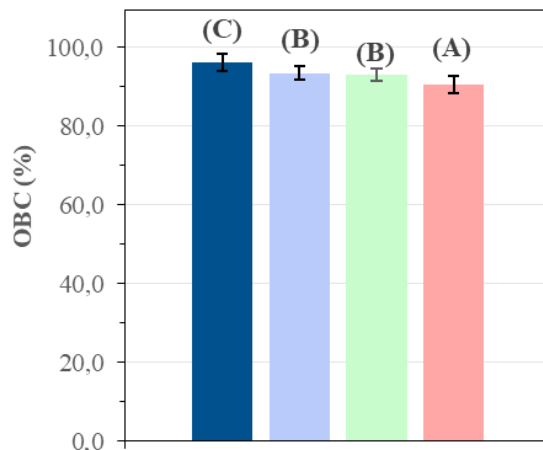
*Figura 4.20: Influencia de la concentración y tipo de HPMC en la retención de aceite de girasol. Tipo de HPMC: HPMC B (Colores claros). HPMC A (Colores oscuros). Concentraciones de HPMC (%): 2,9 (azul). 3,8 (verde). 4,9 (rojo). Las diferentes letras (A, B) y (a) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de HPMC B y A, respectivamente*

En los oleogeles con HPMC B, el OBC varía entre 95,4 y 99,2%, observándose un aumento significativo ( $P < 0,05$ ) con alta concentración de HPMC con respecto a las concentraciones intermedia y baja que no presentan diferencias entre sí ( $P = 0,406$ ). Estos resultados coinciden con los vistos por Saavedra et al. (2024), en donde se obtuvieron OBC similares en oleogeles preparados a partir de emulsiones con un 2 y 3% de HPMC B.

En cambio, en los oleogeles con HPMC A, el OBC varía entre 87,4 y 90,4%, sin diferencias significativas entre las concentraciones ( $P = 0,059$ ). Esto puede estar relacionado con los valores similares de los módulos elásticos y viscosos en los espectros mecánicos. Finalmente, existen diferencias en OBC entre oleogeles con diferente tamaño de HPMC y misma concentración, alcanzando mayores valores al usar HPMC B. Estos resultados difieren de los observados por Wang et al. (2023), en donde se notó un incremento del OBC de un 84 (3,0% HPMC) hasta un 100% (8,0% HPMC).

#### **b. Efecto de la presencia de quitina en la retención de aceite de oleogeles de aceite de girasol**

En la figura 4.21 se observa la capacidad de retención de aceite (OBC) obtenido de los oleogeles preparados con aceite de girasol, HPMC y quitina.



**Figura 4.21:** Efecto de la concentración de quitina en la retención de aceite de los oleogeles de aceite de girasol y HPMC B. Presencia de quitina: Con quitina (Colores claros). Sin quitina (Color azul oscuro). Concentraciones de quitina (%): 0,95 (azul). 1,89 (verde). 2,81 (rojo). Las diferentes letras (A, B, C) indican diferencias significativas ( $P < 0,05$ ) a partir del test de Duncan entre las medias para cada concentración de quitina.

El OBC disminuyó significativamente ( $P < 0,05$ ) desde 96,1 a 90,6% con la concentración de quitina. Esto indica que la adición de quitina en los oleogeles impide la retención del aceite en el gel, lo cual es una característica desfavorable del oleogel final. Este comportamiento puede deberse a intrusión de las partículas en las aberturas de la red tridimensional, lo cual desplaza parte del aceite fuera del gel. Estos resultados coinciden con lo visto por Montes et al. (2025) en oleogeles de aceite de oliva preparados con quitosano, vainilina y diferentes concentraciones de quitina, quienes obtuvieron una disminución del OBC entre 89.2 y 76.2% al aumentar la concentración de quitina entre un 0 a 2.0 %.

## 5. Conclusiones

La caracterización de emulsiones y oleogeles a partir de diferentes tamaños y concentraciones de HPMC, además de la adición de diferentes cantidades de quitina mostraron diversos resultados en los ensayos realizados. De esta manera, se obtienen las siguientes conclusiones.

Todas las emulsiones presentaron un comportamiento viscoso a bajas frecuencias. Además, el aumento de la concentración de HPMC provoca el aumento de los módulos viscoelásticos y la disminución del tamaño de gota (evaluado a través del diámetro promedio y de Sauter). Los valores de los diámetros de Sauter variaron entre 45 y 109  $\mu\text{m}$ .

Concretamente, las emulsiones con HPMC A presentaron un punto de gel, cuya frecuencia disminuye con la concentración del polímero. Estas emulsiones son satisfactoriamente modelizadas con un modelo generalizado de Maxwell de cuatro elementos. Así, el modelo de Cross-Williamson modeliza adecuadamente las curvas de flujo a diferentes concentraciones y 25°C. Por su parte, las emulsiones con HPMC B presentan un comportamiento viscoso ( $G'' > G'$ ) en todo el rango de frecuencia estudiado. Para este tamaño de polímero, el modelo de Casson es seleccionado para el ajuste satisfactorio de las curvas de flujo de las emulsiones.

La adición de micropartículas de quitina a la emulsión con una concentración de HPMC B al 1,5% no influye significativamente en el comportamiento reológico y en la distribución de gota de la emulsión. Esto está relacionado con el tamaño de partícula de la quitina (20-100  $\mu\text{m}$ ) que impide situarse a las partículas en la interfase aceite-agua.

Las características reológicas de los oleogeles permiten verificar la capacidad estructurante del HPMC. No obstante, el tamaño del polímero modifica la dependencia de los módulos viscoelásticos con la concentración. De este modo, los módulos crecieron al aumentar la concentración de HPMC B, pero permanecieron restringidos para el HPMC A. El efecto de la temperatura (25-80°C) es moderado en todos los oleogeles ya que los módulos reológicos permanecen constantes o variaron en un rango muy reducido.

Se obtienen oleogeles más duros con el aumento de la concentración de HPMC B, mientras que para HPMC A permanece constante en los oleogeles de aceite de girasol, lo cual se relaciona con los espectros mecánicos resultantes. La adhesividad de los oleogeles disminuye con la concentración del polímero. La cohesividad de los oleogeles con HPMC permanece constante en la mayoría de los

sistemas a excepción de la concentración de HPMC B al 4,9%, en donde se observa un aumento significativo de esta propiedad. Por último, los oleogeles presentan una menor elasticidad con el aumento de la concentración, independiente del tipo de HPMC. La adición de quitina en los oleogeles de aceite de girasol resulta en un aumento de la dureza y disminución moderada de la elasticidad. En cambio, la adhesividad y cohesividad se mantienen constantes a pesar del aumento de la concentración de quitina.

Los oleogeles de aceite de girasol son blanquecinos con tonalidades amarillentas producto del aceite encapsulado. El aumento de la concentración de HPMC no cambia significativamente la luminosidad, el croma ni el índice de tonalidad en los oleogeles de aceite de girasol. La adición de quitina no conduce a cambios significativos en la luminosidad e índice de tonalidad en el rango estudiado, pero el croma aumenta significativamente a concentraciones de quitina superiores a 1,9%.

La retención de aceite (OBC) de los oleogeles varía entre 87 a 99%. El OBC es mayor cuando se empleó HPMC B, además de aumentar significativamente con la concentración. Para HPMC A, este parámetro permanece significativamente constante con la concentración. El aumento de la concentración de quitina en el oleogel de aceite de girasol y HPMC B disminuye desfavorablemente el OBC desde 96 a 90%. Esto implica que la adición de micropartículas de quitina (20-100  $\mu\text{m}$ ) no es recomendable para el encapsulamiento del aceite.

Esta memoria ha contribuido modestamente en la demostración del HPMC como agente emulsionante y gelificante. En futuros trabajos se plantea el estudio de la oxidación del aceite presente en los oleogeles preparados con HPMC A y B. De esta manera se puede abrir la posibilidad de realizar ensayos de digestión para evaluar su uso como sustituto alimenticio de grasas animales o vegetales, además de reemplazarlos en productos elaborados. Asimismo, se puede comparar las propiedades texturales y parámetros colorímetros de los oleogeles con productos grasos comerciales. Por otra parte, el estudio de estos sistemas con micropartículas de quitina resalta la importancia de la caracterización morfológica de partículas Pickering. A pesar del nulo efecto observado en las emulsiones con HPMC B, esto no significa que puedan reforzar sistemas con mayores diámetros de gota y por ende, menos estables. Así, el tamaño de partícula resulta ser relevante para reforzar la estabilidad de emulsiones tanto en el ámbito académico como industrial.

## 6. Referencias

- Baraki, S. Y., Jiang, Y., Li, X., Debeli, D. K., Wang, B., Feng, X., . . . Sui, X. (2021). Stable sunflower oil oleogel from oil/water pickering emulsion with regenerated chitin. *LWT*, *146*, 111483. doi:10.1016/j.lwt.2021.111483
- Bengoechea, C., Álvarez-Castillo, E., Aguilar, J., & Guerrero, A. (2023). Basic Concepts of Bulk Rheology in Food Emulsions. En W. F. Lai, *Materials Science and Engineering in Food Product Development* (págs. 42-56). Hoboken, USA: John Wiley & Sons Ltd. doi:10.1002/9781119860594.ch3
- Cerqueira, M. A., Palla, C., & Valoppi, F. (2024). Tracing the Evolution of Oleogels: A Historical Overview. En C. Palla, & F. Valoppi, *Advances in Oleogel Development, Characterization, and Nutritional Aspects* (págs. 1-12). Springer International Publishing.
- Chevalier, Y., & Bolzinger, M. -A. (2013). Emulsions stabilized with solid nanoparticles: Pickering emulsions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *439*, 23-34. doi:10.1016/j.colsurfa.2013.02.054
- Espert, M., Gracia-Fernández, C., Salvador, A., Sanz, T., & Hernández, M. J. (2024). Linear and nonlinear viscoelasticity of edible o/w emulsions used as saturated fat replacers. *LWT*, *191*(1), 115609. doi:10.1016/j.lwt.2023.115609
- Espert, M., Salvador, A., & Sanz, T. (2020). Cellulose ether oleogels obtained by emulsion-templated approach without additional thickeners. *Food Hydrocolloids*, *109*, 106085. doi:10.1016/j.foodhyd.2020.106085
- Hu, X., Jiang, Q., Du, L., & Meng, Z. (2023). Edible polysaccharide-based oleogels and novel emulsion gels as fat analogues: A review. *Carbohydrate Polymers*, *322*, 121328. doi:10.1016/j.carbpol.2023.121328
- Kim, S. -H., Jo, Y. -J., Lee, S. H., & Park, S. -H. (2024). Development of Oleogel-Based Fat Replacer and Its Application in Pan Bread Making. *Foods*, *13*(11), 1678. doi:10.3390/foods13111678
- Konica Minolta. (s.f.). *Espacios de Color*. Obtenido de Konica Minolta Sensing Americas: <https://sensing.konicaminolta.us/mx/learning-center/color-measurement/color-spaces/>

- Lama, M., Franco-Uría, A., & Moreira, R. (2025). Characterization of Rapeseed Oil Oleogels Produced by the Emulsion Template Method Using Hydroxypropyl Methylcellulose and the Drying Kinetics of the Emulsions. *Foods*, *14*(16). doi:10.3390/foods14162908
- Lama, M., Montes, L., Franco, D., Franco-Uría, A., & Moreira, R. (2024). Chitosan-Based Oleogels: Emulsion Drying Kinetics and Physical, Rheological, and Textural Characteristics of Olive Oil Oleogels. *Marine Drugs*, *22*(7), 318. doi:10.3390/md22070318
- Low, L. E., Siva, S. P., Ho, Y. K., Chan, E. S., & Tey, B. T. (2020). Recent advances of characterization techniques for the formation, physical properties and stability of Pickering emulsion. *Advances in Colloid and Interface Science*, *277*, 102117. doi:10.1016/j.cis.2020.102117
- Manzoor, S., Masoodi, F. A., Naqash, F., & Rashid, R. (2022). Oleogels: Promising alternatives to solid fats for food applications. *Food Hydrocolloids for Health*, *2*(100058). doi:10.1016/j.fhfh.2022.100058
- Martínez, E., Martínez-Navarro, M. E., Pardo, J. E., Rabadan, A., & Álvarez-Ortí, M. (2024). Enhancing Brioche Bread with Emulsified Seed and Nut Oils: Nutritional and Sustainable Benefits. *Applied Sciences*, *14*(23), 11382. doi:10.3390/app142311382
- Martínez, S., Espert, M., Salvador, A., & Sanz, T. (2022). The role of oil concentration on the rheological properties, microstructure, and in vitro digestion of cellulose ether emulsions. *Food Hydrocolloids*, *131*, 107793. doi:10.1016/j.foodhyd.2022.107793
- Matanović, M. R., Kristl, J., & Grabnar, P. A. (2014). Thermoresponsive polymers: Insights into decisive hydrogel characteristics, mechanisms of gelation, and promising biomedical applications. *International Journal of Pharmaceutics*, *472*(1), 262-275. doi:10.1016/j.ijpharm.2014.06.029
- Meng, Z., Qi, K., Guo, Y., Wang, Y., & Liu, Y. (2018). Macro-micro structure characterization and molecular properties of emulsion-templated polysaccharide oleogels. *Food Hydrocolloids*, *77*, 17-29. doi:10.1016/j.foodhyd.2017.09.006
- Montes, L., Viciano, S., Franco, D., Sineiro, J., & Moreira, R. (2025). Effect of Vanillin and Chitin Particles on the Chitosan-Based. *Gels*, *11*(10). doi:10.3390/gels11100799

- Moreira, R., Chenlo, F., Torres, M. D., & Prieto, D. M. (2017). Statistical Criteria for Modelling of Water Desorption Isotherms of Sugars. Estimation of Sucrose Hygroscopic Properties from Glucose and Fructose Data. *Advances in Food Science and Engineering*, 1(1), 18-27. doi:10.22606/afse.2017.11003
- Oh, I., Lee, J., Lee, S., & Lee, H. G. (2019). Feasibility of hydroxypropyl methylcellulose oleogel as an animal fat. *Food Research International*, 122, 566-572. doi:10.1016/j.foodres.2019.01.012
- Oyatogun, G. M., Esan, T. A., Akpan, E. I., Adeosun, S. O., Popoola, A. P., Imasogie, B. I., . . . Akinluwade, K. J. (2020). Chitin, chitosan, marine to market. En S. Gopi, S. Thomas, & A. Pius, *Handbook of Chitin and Chitosan. Volume 3: Chitin and Chitosan based Polymer Materials for Various Applications* (págs. 341-381). Elsevier. doi:10.1016/B978-0-12-817966-6.00011-X
- Saavedra, M. Y., Montes, L., Franco, D., Franco-Uría, A., & Moreira, R. (2024). Drying kinetics modeling of hot air drying of emulsion templated oleogels employing hydroxypropyl methylcellulose as structuring agent. *Food Bioscience*, 59. doi:10.1016/j.fbio.2024.103912
- Sanz, T., Falomir, M., & Salvador, A. (2015). Reversible thermal behaviour of vegetable oil cellulose ether emulsions as fat replacers. Influence of glycerol. *Food Hydrocolloids*, 46, 19-27. doi:10.1016/j.foodhyd.2014.11.030
- Stable Micro Systems. (s.f.). *Texture Profile Analysis*. Obtenido de Stable Micro Systems: <https://www.stablemicrosystems.com/TextureProfileAnalysis.html>
- Wang, Q., Espert, M., Larrea, V., Quiles, A., Salvador, A., & Sanz, T. (2023). Comparison of different indirect approaches to design edible oleogels based on cellulose ethers. *Food Hydrocolloids*, 134, 108007. doi:10.1016/j.foodhyd.2022.108007
- World Health Organization. (2023). *Saturated fatty acid and trans-fatty acid intake for adults and children: WHO guideline*. Ginebra: World Health Organization. Recuperado el 21 de 03 de 2025, de IRIS: <https://iris.who.int/server/api/core/bitstreams/463fa93e-6c17-4e5b-a4d7-928354ea34c3/content>
- Yin, X., Chen, F., Hana, B., Wang, X., Ding, W., Ding, B., & Tú, J. (2025). Chitin nanowhiskers-stabilized Pickering emulsions for encapsulating flavor compounds in *Zanthoxylum bungeanum* oil. *Food Hydrocolloids*, 163, 111067. doi:10.1016/j.foodhyd.2025.111067

## 7. Anexos

### 7.1. Antecedentes

#### 7.1.1. Grasas y aceites

Las grasas son mezcla de triglicéridos en estado sólido o semisólido a temperatura ambiente. Este estado físico se debe principalmente a la alta presencia de ácidos grasos saturados esterificados en relación con los ácidos grasos insaturados, los cuales confieren una alta temperatura de fusión (Wade, 2011)<sup>1</sup>. Los triglicéridos provenientes de diversos mamíferos y ciertas plantas son ejemplos de grasas, tales como la grasa láctea, manteca de cerdo, manteca de coco, manteca de palma, entre otros. Asimismo, el consumo de grasas conlleva a diferentes efectos negativos en la salud humana tal como un aumento de enfermedades cardiovasculares, coronarias, diabetes de tipo II y obesidad (Martins et al., 2018)<sup>2</sup>.

Por otra parte, los aceites son principalmente triglicéridos con cadenas de ácidos grasos insaturados esterificados, provocando que sean líquidos a temperatura ambiente. Esto es debido a una mayor proporción de ácidos grasos monoinsaturados o polinsaturados cis, los cuales presentan temperaturas de fusión menores que la temperatura ambiente (Wade, 2011)<sup>1</sup>. Los aceites están presentes principalmente en plantas y animales de sangre fría siendo el aceite de girasol, canola o salmón ejemplos de esta clase. Diversos estudios indican los beneficios al reemplazar las grasas por ácidos grasos insaturados, reduciendo los riesgos de enfermedades cardiovasculares, diabetes de tipo II y colesterol total (Kirkhus et al., 2024)<sup>3</sup>.

Por último, las grasas trans son aceites vegetales parcialmente hidrogenados para obtener materia grasa vegetal con propiedades parecidas a una manteca de grasa animal. La margarina vegetal es un producto alimentario con estas grasas (Wade, 2011)<sup>1</sup>. Se ha encontrado que su alto consumo conlleva un aumento del LDL (en inglés, Low Density Lipoprotein) y disminución del colesterol HDL (en inglés, High Density Lipoprotein), resultando un aumento del colesterol total en la sangre (Kirkhus et

---

<sup>1</sup> Wade, L. G. (2011). *Química orgánica* (Vol. II). (M. A. Lanto Arriola, & V. González y Pozo, Trans.) Ciudad de México: Pearson Educación.

<sup>2</sup> Martins, A. J., Vicente, A. A., Cunha, R. L., & Cerqueira, M. A. (2018). Edible oleogels: an opportunity for fat replacement in foods. *Food & Function*, 9(2), 758-773. doi:10.1039/C7FO01641G

<sup>3</sup> Kirkhus, B., Skuladottir, G. V., Lampi, A. -M., & Nilsson, A. (2024). Nutritional Aspects of Fats and Oils. En C. Palla, & F. Valoppi, *Advances in Oleogel Development, Characterization, and Nutritional Aspects* (págs. 13-38). Springer International Publishing. doi:10.1007/978-3-031-46831-5\_2

al., 2024)<sup>3</sup>. Además, se ha observado un aumento del riesgo de cardiopatía coronaria y enfermedades cardiovasculares (Organización Mundial de la Salud, 2023)<sup>4</sup>.

### 7.1.2. Oleogeles

Los oleogeles son materiales semisólidos formados por el atrapamiento de aceite dentro de una red de gel tridimensional compuesta por agente estructurantes o gelificantes añadidos en bajas concentraciones (Cerqueira et al., 2024)<sup>5</sup>. Este material debe poder imitar las propiedades de las grasas sólidas utilizadas en diversas áreas de aplicación.

Estos sistemas presentan una concentración de aceite superior al 90% de la masa total para aplicaciones alimentarias (Patel & Dewettinck, 2016)<sup>6</sup>. Lo anterior implica la posibilidad de producir oleogeles a partir de lípidos reducidos en ácidos grasos saturados, libre de ácidos grasos trans y abundantes en ácidos grasos polisaturados para promover beneficios saludables. Los gelificantes se pueden clasificar en dos grupos: gelificantes de bajo y alto peso molecular. Los primeros corresponden a compuestos químicos tales como ácidos grasos, monoglicéridos, ceras, esteroides y lecitina. Por otro lado, los gelificantes de alto peso molecular son polímeros tales como proteínas, polisacáridos y sus derivados (Cerqueira et al., 2024)<sup>5</sup>.

Para la obtención de un oleogel, es fundamental comprender las propiedades fisicoquímicas del aceite y de los gelificantes. Un ejemplo es la afinidad del gelificante con el aceite utilizado, ya que si existe interacciones que conduzcan a precipitaciones o disoluciones, se obtendrán oleogeles no estructurados (Pinto et al., 2024)<sup>7</sup>. No obstante, la elección del gelificante debe ir unido al método que se desea utilizar para la obtención del oleogel. A partir de esto, en general se consideran dos métodos: método directo y método indirecto.

---

<sup>4</sup> Organización Mundial de la Salud. (2023). Ingesta de ácidos grasos saturados y ácidos grasos trans en adultos y niños: resumen de la directriz de la OMS [Saturated fatty acid and trans-fatty acid intake for adults and children: WHO guideline summary]. Ginebra: Organización Mundial de la Salud. Recuperado el 21 de 03 de 2025, de IRIS: <https://iris.who.int/bitstream/handle/10665/375035/9789240083691-spa.pdf>

<sup>5</sup> Cerqueira, M. A., Palla, C., & Valoppi, F. (2024). Tracing the Evolution of Oleogels: A Historical Overview. En C. Palla, & F. Valoppi, *Advances in Oleogel Development, Characterization, and Nutritional Aspects* (págs. 1-12). Springer International Publishing.

<sup>6</sup> Patel, A. R., & Dewettinck, K. (2016). Edible oil structuring: an overview and recent updates. *Food and Function*, 7, 20-29. doi:10.1039/C5FO01006C

<sup>7</sup> Pinto, T. C., Sabet, S., Kazerani García, A., Kirjoranta, S., & Valoppi, F. (2024). Oleogel Preparation Methods and Classification. En C. Palla, & F. Valoppi, *Advances in Oleogel Development*, (págs. 77-114). Springer International Publishing.

### 7.1.3. Métodos de obtención

#### a. Método directo

Este método consiste en la mezcla directa del gelificante con el aceite. La mezcla se calienta por encima de la temperatura de fusión del gelificante, bajo agitación continua. Luego, se prosigue con una etapa de enfriamiento hasta una temperatura por debajo de la temperatura de gelificación, obteniendo un semisólido (Pinto et al., 2024)<sup>8</sup>.

Para la preparación del oleogel se debe considerar la temperatura de fusión del gelificante, el cual dependerá del tipo de agente estructurante a utilizar. Otro parámetro clave es la solubilidad del gelificante en el aceite (lipofilia) para su disolución en el líquido oleoso (Pinto et al., 2024)<sup>8</sup>. Agentes estructurantes como ceras, etilcelulosa, carragenina se emplean en este método.

#### b. Método indirecto

La mayoría de los polímeros utilizados en la industria alimentaria son principalmente hidrofílicos, por lo que son incapaces de estructurar directamente aceites (Pinto et al., 2024)<sup>8</sup>. No obstante, lo que se necesita realmente, por parte del polímero, es atrapar al aceite en una red gelificada. Así, se desarrollaron métodos indirectos aprovechando la variedad, disponibilidad y propiedades fisicoquímicas de polímeros alimentarios. Uno de los métodos más usados es el método emulsión template.

Este método se inició con el procedimiento propuesto por Romoscanu & Mezzenga (2006)<sup>9</sup>, que obtuvieron oleogeles a partir de la formación y secado de emulsiones aceite/agua (en sus siglas en inglés, O/W) estabilizadas con una monocapa de proteínas reticuladas adsorbidas. Posteriormente, Patel et al. (2014)<sup>10</sup> modificó y generalizó la metodología utilizando polisacáridos (hidroxipropilmetilcelulosa, metilcelulosa y goma xantana) como gelificantes.

El método consiste en la formación de una emulsión estable O/W producto de la presencia del gelificante (Figura 7.1). Luego, se debe eliminar el agua presente en la emulsión mediante un proceso

---

<sup>8</sup> Pinto, T. C., Sabet, S., Kazerani García, A., Kirjoranta, S., & Valoppi, F. (2024). Oleogel Preparation Methods and Classification. En C. Palla, & F. Valoppi, *Advances in Oleogel Development*, (págs. 77-114). Springer International Publishing.

<sup>9</sup> Romoscanu, A. I., & Mezzenga, R. (2006). Emulsion-Templated Fully Reversible Protein-in-Oil Gels. *Langmuir*, 22(18), 7812–7818. doi:10.1021/la060878p

<sup>10</sup> Patel, A. R., Cludts, N., Bin Sintang, M. D., Lewille, B., Lesaffer, A., & Dewettinck, K. (2014). Polysaccharide-Based Oleogels Prepared with an Emulsion-Template Approach. *Advanced Functional Materials*, 15(16), 3435-3439. doi:10.1002/cphc.201402473

de secado (secado convectivo, al vacío, liofilización). Finalmente, se obtiene un material semisólido seco, el cual es sometido a un proceso de homogeneización suave para la obtención del oleogel (Hu et al., 2023)<sup>11</sup>.

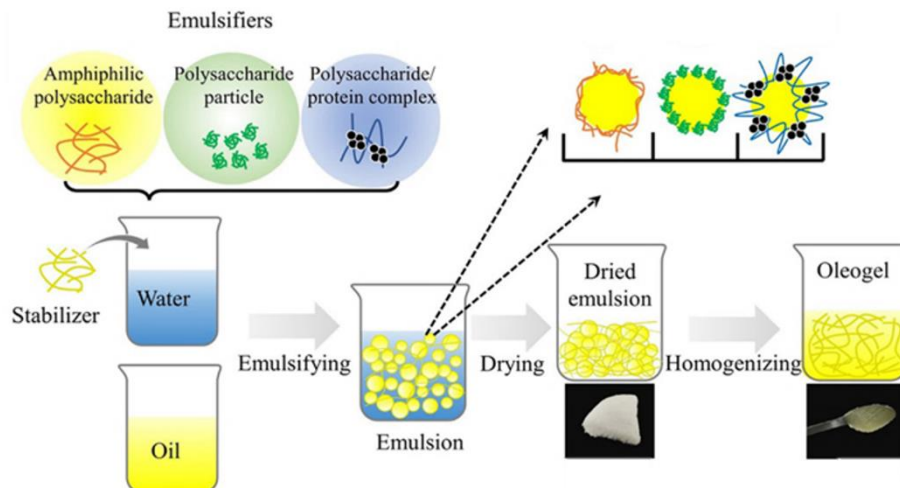


Figura 7.1: Esquema del método "emulsion template" con diferentes emulsificantes (Hu et al., 2023)<sup>11</sup>.

#### 7.1.4. Hidroxipropilmetilcelulosa

La hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) es un polímero natural derivado de la celulosa. Su estructura comprende una cadena polimérica de celulosa con grupos hidroxipropilo, metoxilo y átomos de hidrógeno como radicales de la cadena principal (Figura 7.2). Así, el HPMC se considera un polímero anfifílico, es decir, presenta afinidad tanto por el agua como compuestos apolares (Pal et al., 2015)<sup>12</sup>.

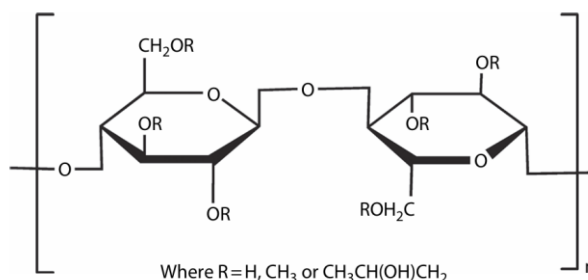


Figura 7.2: Estructura química de la hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) (Pal et al., 2015)<sup>12</sup>.

<sup>11</sup> Hu, X., Jiang, Q., Du, L., & Meng, Z. (2023). Edible polysaccharide-based oleogels and novel emulsion gels as fat analogues: A review. *Carbohydrate Polymers*, 322, 121328. doi:10.1016/j.carbpol.2023.121328

<sup>12</sup> Pal, S., Das, R., & Ghorai, S. (2015). Hydroxypropyl Methyl Cellulose Grafted with Poly(Acrylamide): Application as Novel Polymeric Material as Flocculant as well as Adsorbent. En V. K. Thakur, *Cellulose-Based Graft Copolymers: Structure and Chemistry* (págs. 301-334). Boca Raton: CRC Press. doi:10.1201/b18390

Las propiedades del polímero dependen del grado de sustitución y la masa molecular. El grado de sustitución corresponde al número de grupos hidroxilo promedio por unidad de glucosa sustituidos por grupos metoxilo o hidroxipropilo. A partir de esto, se deduce que las propiedades lipofílicas del polisacárido aumentan con el grado de sustitución (Naeli et al., 2020)<sup>13</sup>.

El HPMC es ampliamente utilizado en la industria farmacéutica, cosmética y alimentaria, además se clasifica como GRAS y tiene bajos costos (Moreira et al., 2017; Oh et al., 2019)<sup>14,15</sup>. Su consumo tiene efectos positivos en la salud tales como la disminución del colesterol, glucosa postprandial e insulina (Oh et al., 2019; Meng et al., 2018)<sup>15,16</sup>.

### 7.1.5. Quitina

La quitina es un biopolímero formado por monómeros de 2-acetamido-2-desoxi-D-glucosa unidos por un enlace  $\beta$  (1-4) (Figura 7.3). Es un material cristalino con fuertes enlaces de hidrógeno intermoleculares, lo cual provoca su insolubilidad en agua y la mayoría de los solventes orgánicos (National Center for Biotechnology Information, 2025)<sup>17</sup>. Es el segundo polímero más abundante en la naturaleza después de la celulosa.

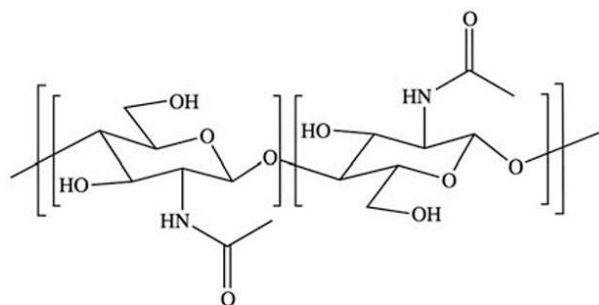


Figura 7.3: Estructura química de la quitina (Sultana et al., 2020)<sup>18</sup>

<sup>13</sup> Naeli, M. H., Milania, J. M., Farmania, J., & Zargaraanb, A. (2020). Development of innovative ethyl cellulose-hydroxypropylmethylcellulose biopolymer oleogels as low saturation fat replacers: Physical, rheological and microstructural characteristics. *International Journal of Biological Macromolecules*, 156, 792-804. doi:10.1016/j.ijbiomac.2020.04.087

<sup>14</sup> Moreira, R., Chenlo, F., Silva, C., & Torres, M. (2017a). Rheological behaviour of aqueous methylcellulose systems: Effect of concentration, temperature and presence of tragacanth. *LWT*, 764-770. doi:10.1016/j.lwt.2017.06.050

<sup>15</sup> Oh, I., Lee, J., Lee, S., & Lee, H. G. (2019). Feasibility of hydroxypropyl methylcellulose oleogel as an animal fat. *Food Research International*, 122, 566-572. doi:10.1016/j.foodres.2019.01.012

<sup>16</sup> Meng, Z., Qi, K., Guo, Y., Wang, Y., & Liu, Y. (2018). Macro-micro structure characterization and molecular properties of emulsion-templated polysaccharide oleogels. *Food Hydrocolloids*, 77, 17-29. doi:10.1016/j.foodhyd.2017.09.006

<sup>17</sup> National Center for Biotechnology Information. (2025). PubChem Compound Summary for , Chitin. Recuperado el 05 de Abril de 2025, de <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Chitin>

<sup>18</sup> Sultana, S., Rahman, M. S., Islam, M. M., Sakib, M. N., & Shahruzzaman, M. (2020). Polymer blends, IPNs, gels, composites, and nanocomposites from chitin and chitosan; manufacturing, and applications. En S. Gopi, S. Thomas, & A. Pius, *Handbook of Chitin and Chitosan. Chitin and Chitosan-based Polymer Materials for Various Applications* (págs. 1-41). Elsevier. doi:10.1016/B978-0-12-817966-6.00001-7

Su presencia está localizada en los caparazones de diversos organismos como cangrejos, langostas, tortugas, gambas e insectos. Puede ser también generada a través de la fermentación por hongos (Oyatogun et al. 2020)<sup>19</sup>. En la Figura 7.4 se muestra las principales fuentes marinas de obtención de quitina.



*Figura 7.4: Recursos agropecuarios fuentes de quitina (Oyatogun et al. 2020)<sup>19</sup>.*

De acuerdo con lo indicado por Oyatogun et al. (2020)<sup>19</sup>, la quitina comercial es obtenida principalmente de residuos de crustáceos marinos, debido a su disponibilidad como subproducto en el procesamiento de alimentos.

<sup>19</sup> Oyatogun, G. M., Esan, T. A., Akpan, E. I., Adeosun, S. O., Popoola, A. P., Imasogie, B. I., . . . Akinluwade, K. J. (2020). Chitin, chitosan, marine to market. En S. Gopi, S. Thomas, & A. Pius, Handbook of Chitin and Chitosan. Volume 3: Chitin and Chitosan based Polymer Materials for Various Applications (págs. 341-381). Elsevier. doi:10.1016/B978-0-12-817966-6.00011-X

## 7.2. Fundamentos teóricos

### 7.2.1. Reología

La reología se define como la ciencia que estudia la deformación y flujo de la materia (Barnes et al., 1989)<sup>20</sup>. Algunas propiedades y comportamiento de diversos materiales con relevancia en diversas disciplinas científicas; tales como: asfalto, cemento, plásticos, cosméticos, alimentos, pinturas (Barnes et al., 1989). Muchos de estos productos se comportan como sólidos, líquidos o viscoelásticos. El comportamiento sólido se describe de acuerdo con la ley de Hooke (Ec. 7.1) (Carreau et al., 2021)<sup>21</sup>.

$$\sigma_{yx} = -G \cdot \frac{du_x}{dy} \quad \text{Ecuación 7.1}$$

donde  $\sigma_{yx}$  es el esfuerzo de cizalla (Pa) resultante al aplicarse un gradiente de deformación  $du_x/dy$  (adimensional) cuya magnitud es proporcional al módulo rigidez  $G$  (Pa) (Carreau et al., 2021).

Por otra parte, el comportamiento líquido se describe de acuerdo con la ley de Newton (Ec. 7.2) (Carreau et al., 2021).

$$\sigma_{yx} = -\eta \cdot \frac{dv_x}{dy} \quad \text{Ecuación 7.2}$$

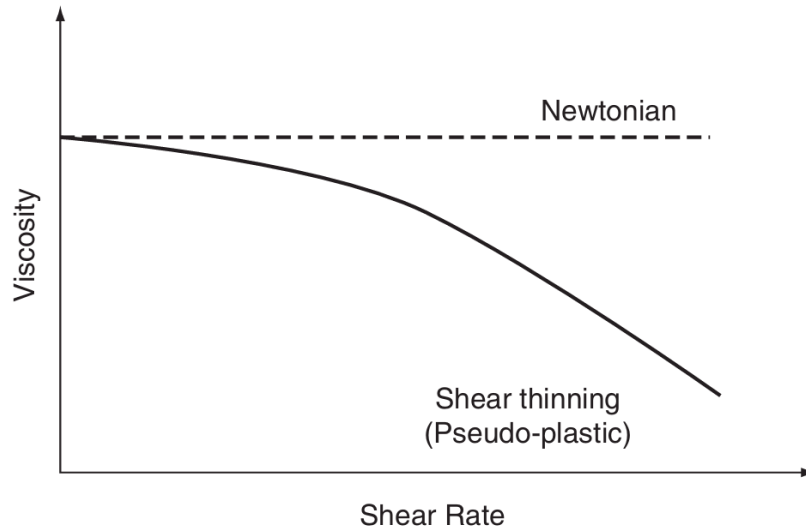
donde  $dv_x/dy$  es la velocidad de deformación ( $s^{-1}$ ) cuya magnitud es proporcional a la viscosidad  $\eta$  (Pa·s) para materiales newtonianos (Carreau et al., 2021).

La ley de Newton relaciona linealmente la velocidad de cizalla con el esfuerzo aplicado de los fluidos. De acuerdo con el comportamiento del esfuerzo frente a la velocidad de cizalla del fluido, se puede clasificar en newtonianos (comportamiento lineal) y no newtonianos (comportamiento no lineal).

---

<sup>20</sup> Barnes, H. A. (2000). A HANDBOOK OF ELEMENTARY RHEOLOGY. Aberystwyth: University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics.

<sup>21</sup> Carreau, P. J., De Kee, D. C., & Chhabra, R. P. (2021). Rheology of Polymeric Systems. Hanser.



**Figura 7.5:** Comportamiento viscoso de fluidos newtoniano y pseudoplástico (no newtoniano) frente a la velocidad de cizalla (Vlachopoulos & Polychronopoulos, 2011)<sup>22</sup>.

Como se observa en la figura 7.5, dentro de los fluidos no newtonianos destacan los fluidos pseudoplásticos en los que la viscosidad disminuye con la velocidad de cizalla. El modelo más empleado en este tipo de fluidos es el propuesto por Ostwald de Waele, denominado como ley de la potencia (Ec. 7.3) (Barnes et al., 1989)<sup>23</sup>.

$$\sigma = k_{pw} \cdot \dot{\gamma}^p \quad \text{Ecuación 7.3}$$

donde  $\sigma$  es el esfuerzo de cizalla (Pa),  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de cizalla ( $s^{-1}$ ), mientras que  $k_{pw}$  ( $Pa \cdot s^p$ ) y  $p$  (adimensional) son el índice de consistencia y flujo, respectivamente. De acuerdo con el valor de  $p$ , se puede clasificar los fluidos que siguen la ley de la potencia en fluidos pseudoplásticos ( $p < 1$ ) o dilatantes ( $p > 1$ ). Nótese que si  $p = 1$ , la ley de la potencia se convierte en la ley de Newton.

Existen otros modelos que han sido utilizados para representar el comportamiento de fluidos no newtonianos (Steffe, 1992)<sup>24</sup>. La ec. 7.4 muestra el modelo propuesto por Casson (Tadros, 2010)<sup>25</sup>.

$$\sigma^{0,5} = (\sigma_c)^{0,5} + (\eta_c)^{0,5} \cdot (\dot{\gamma})^{0,5} \quad \text{Ecuación 7.4}$$

<sup>22</sup> Vlachopoulos, J., & Polychronopoulos, N. (2011). Basic Concepts in Polymer Melt Rheology and Their Importance in Processing. En M. Kontopoulou, Applied Polymer Rheology (págs. 1-27). doi:10.1002/9781118140611.ch1

<sup>23</sup> Barnes, H. A. (2000). A HANDBOOK OF ELEMENTARY RHEOLOGY. Aberystwyth: University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics.

<sup>24</sup> Steffe, J. F. (1992). Rheological methods in food process engineering. (Segunda ed.). Freeman Press.

<sup>25</sup> Tadros, T. (2010). Rheology of Dispersions Principles and Applications. Weinheim: Wiley-VCH Verlag & Co. doi:10.1002/9783527631568

donde  $\sigma_c$  (Pa) y  $\eta_c$  (Pa·s) son el esfuerzo y viscosidad críticos, respectivamente. Sin embargo, para una descripción general del comportamiento de un fluido pseudoplástico, en un amplio rango de velocidades de cizalla (Figura 7.6), es necesario un modelo de cuatro parámetros como el modelo de Cross (Ec. 7.5) (Barnes et al., 1989)<sup>26</sup>.

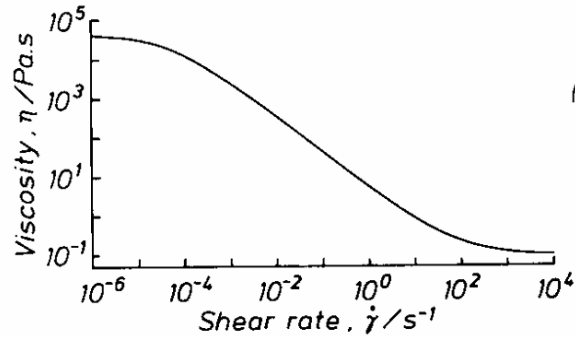


Figura 7.6: Comportamiento viscoso típico de un líquido no Newtoniano (Barnes et al., 1989).

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + k_c(\dot{\gamma})^m} \quad \text{Ecuación 7.5}$$

donde  $\eta_0$  (Pa·s) y  $\eta_{\infty}$  (Pa·s) son las viscosidades de cizalla cero o inicial e infinita, respectivamente, mientras que  $k_c$  (s<sup>n</sup>) y  $m$  (-) son el índice de consistencia y flujo para el modelo de Cross, respectivamente.

Este modelo presenta variaciones para ajustar regiones de flujo específicas, siendo uno de ellos, el modelo de Cross-Williamson (Ec. 7.6). Este se deriva despreciando la viscosidad de cizalla infinita si  $\eta_0 \gg \eta_{\infty}$  o si no se observa la región newtoniana a altas velocidades de cizalla (Moreira et al., 2017)<sup>27</sup>.

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + k(\dot{\gamma})^{1-n}} \quad \text{Ecuación 7.6}$$

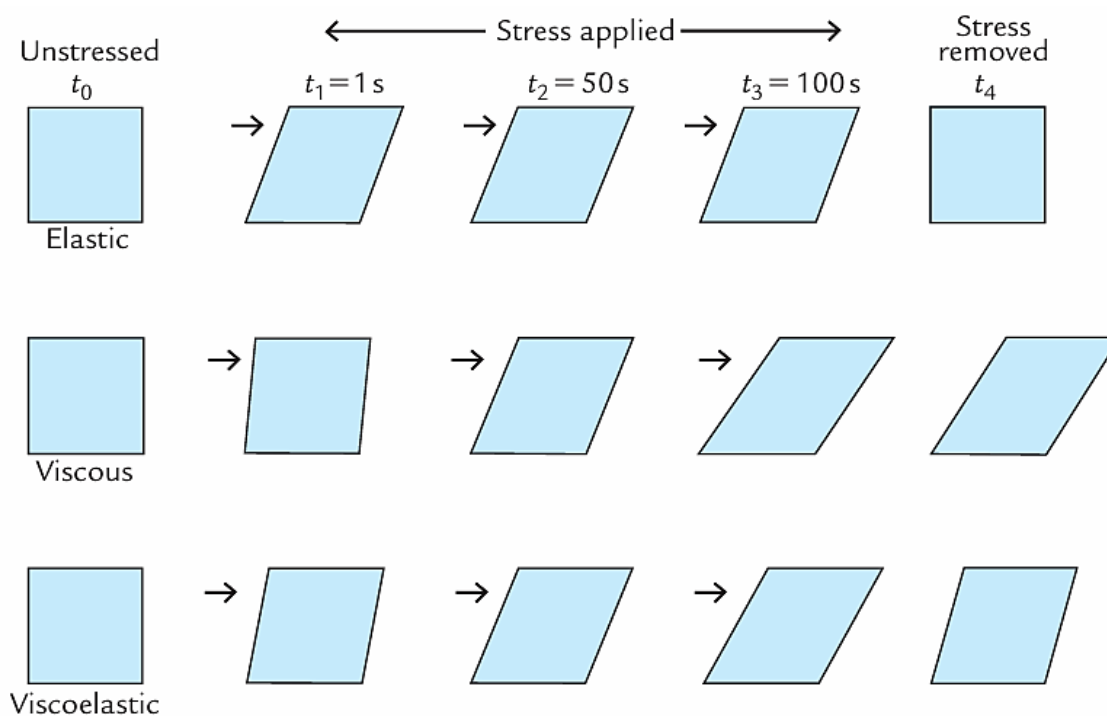
donde que  $k$  (s<sup>1-n</sup>) y  $1 - n$  (-) son el índice de consistencia y flujo para el modelo de Cross-Williamson, respectivamente.

<sup>26</sup> Barnes, H. A. (2000). A HANDBOOK OF ELEMENTARY RHEOLOGY. Aberystwyth: University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics.

<sup>27</sup> Moreira, R., Chenlo, F., Silva, C., & Torres, M. (2017). Rheological behaviour of aqueous methylcellulose systems: Effect of concentration, temperature and presence of tragacanth. LWT, 764-770. doi:10.1016/j.lwt.2017.06.050

### a. Viscoelasticidad

Un material viscoelástico es aquel que se presenta una combinación de las propiedades viscosas (líquido) y elásticas (sólido) (Barnes et al., 1989)<sup>28</sup>. En la Figura 7.7, se puede esquematizar el comportamiento viscoelástico en comparación a un sólido elástico y un líquido viscoso (Bourne, 2002).



**Figura 7.7:** Respuesta de cuerpos sólidos, líquidos y viscoelásticos ante la aplicación y retiro de un esfuerzo determinado (Bourne, 2002)<sup>29</sup>.

Para un sólido elástico (Ley de Hooke), la deformación es instantánea y constante ante la aplicación del esfuerzo, recuperando completamente su forma al retirarla. Para un líquido viscoso (Ley de Newton), el material fluye mientras se mantenga el esfuerzo. No obstante, no presenta recuperación a su estado inicial al cesar el esfuerzo. Por último, un material viscoelástico presenta una deformación instantánea y continúa deformándose mientras esté el esfuerzo aplicado. Cuando se retira, la muestra

<sup>28</sup> Barnes, H. A. (2000). A HANDBOOK OF ELEMENTARY RHEOLOGY. Aberystwyth: University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics.

<sup>29</sup> Bourne, M. C. (2002). Food Texture and Viscosity Concept and Measurement (Segunda ed.). Academic Press.

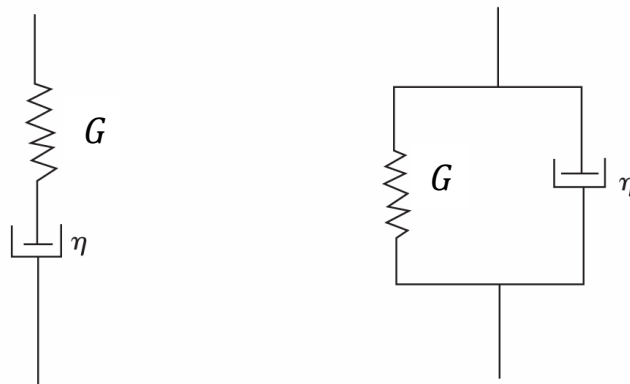
recupera una parte de su forma original (componente elástica), pero no totalmente (componente viscosa) (Bourne, 2002)<sup>30</sup>.

Se pueden clasificar un comportamiento viscoelástico en dos grupos. Uno es el viscoelástico lineal, en el cual las propiedades reológicas del material dependen del tiempo de aplicación y no de la magnitud o razón de cambio del esfuerzo (Bourne, 2002). No obstante, esta condición solo ocurre en casos donde la deformación o esfuerzo es pequeño, evitando modificaciones en la estructura del material (Carreau et al., 2021)<sup>31</sup>.

A lo largo del tiempo, se ha planteado teóricamente diversos modelos mecánicos para la descripción del comportamiento de materiales viscoelásticos, partiendo de las leyes de Hooke y Newton. Estos modelos consisten en arreglos de muelles y pistones en serie, paralelos o combinaciones subsecuentes. Los muelles representan a los sólidos que sigue la ley de Hooke, mientras que los pistones a los líquidos newtonianos (Figura 7.8).



*Figura 7.8: Elementos mecánicos de Hooke (izquierda) y Newton (derecha) (Bourne, 2002).*

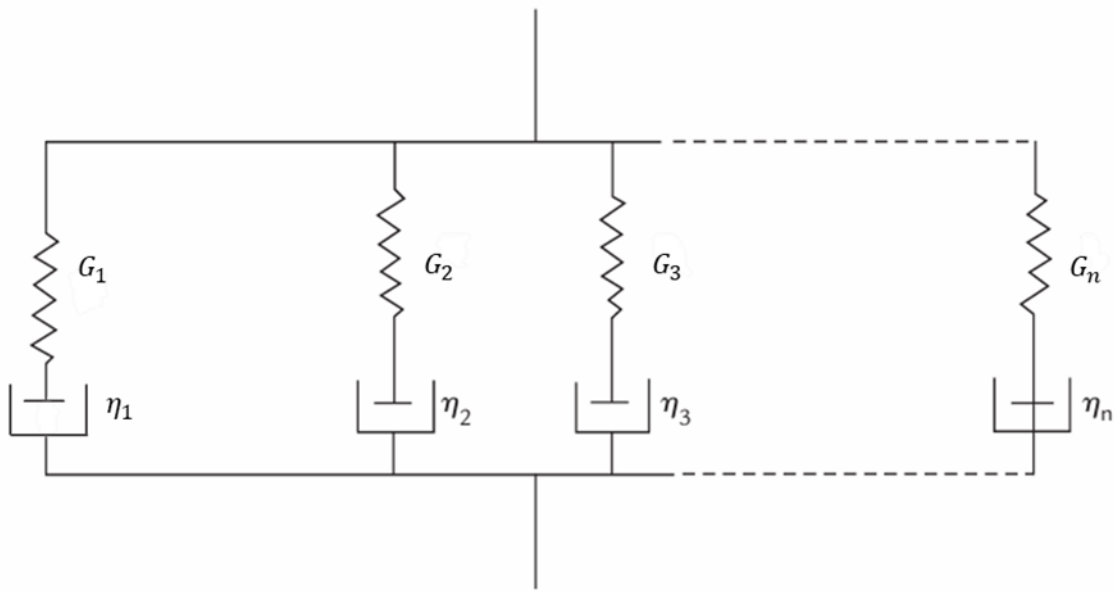


*Figura 7.9: Modelos mecánicos de Maxwell (izquierda) y Kevin-Voight (derecha) (Bourne, 2002).*

<sup>30</sup> Bourne, M. C. (2002). Food Texture and Viscosity Concept and Measurement (Segunda ed.). Academic Press.

<sup>31</sup> Carreau, P. J., De Kee, D. C., & Chhabra, R. P. (2021). Rheology of Polymeric Systems. Hanser.

Los modelos más básicos son los modelos de Maxwell y de Kevin-Voight (Figura 7.9). En el modelo de Maxwell se combina en serie un muelle y pistón, en donde el esfuerzo realizado en cada elemento es el mismo, mientras que la deformación de todo el sistema es la suma de las deformaciones en cada elemento. Por otra parte, el modelo de Kevin-Voight es la asociación de un muelle y pistón en paralelo, en donde la deformación resulta ser igual en cada elemento y el esfuerzo del sistema es la suma de los esfuerzos de cada modelo. Uno de los modelos más utilizados en reología corresponde al modelo de Maxwell generalizado que consiste en el ensamblado de  $n$  unidades de Maxwell en serie (Figura 11) (Bourne, 2002)<sup>32</sup>.



*Figura 7.10: Modelo generalizado de Maxwell de  $n$ -elementos (Bourne, 2002).*

### 7.2.2. Reometría

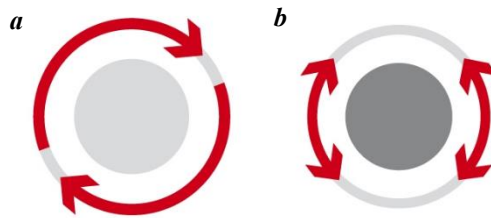
La reometría se refiere al conjunto de técnicas experimentales empleadas para la determinación cuantitativa de las propiedades reológicas de un sistema (Miri, 2011)<sup>33</sup>. Para medir una propiedad reológica de un material, primero se debe diseñar un procedimiento experimental que conlleve la

<sup>32</sup> Bourne, M. C. (2002). *Food Texture and Viscosity Concept and Measurement* (Segunda ed.). Academic Press.

<sup>33</sup> Miri, T. (2011). *Viscosity and Oscillatory Rheology*. En I. T. Norton, F. Spyropoulos, & P. Cox, *Practical Food Rheology An Interpretive Approach* (págs. 7-28). Blackwell Publishing Ltd.

aplicación de un estímulo controlado en el sistema. De esta forma, se puede medir la respuesta del material y con ello, calcular el parámetro objetivo del experimento (Morrison, 2001)<sup>34</sup>.

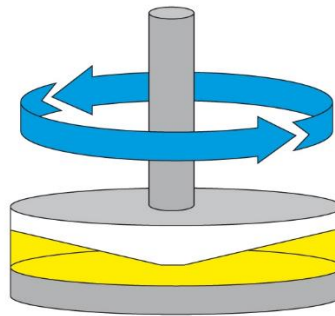
Los equipos mayormente utilizados son los reómetros, los cuales permiten controlar diversas variables para estudiar el material en diferentes condiciones experimentales. Estos pueden realizar ensayos rotacionales (rotación continua) y oscilatorios (oscilaciones rotatorias) tal como se muestra en la figura 7.11 (Mezger, 2014)<sup>35</sup>.



*Figura 7.11: Ensayos reométricos. Rotación continua (a) y oscilatoria (b) (Mezger, 2014).*

#### **a. Ensayos rotacionales**

Los ensayos rotacionales consisten en el movimiento rotatorio de la geometría sobre su eje de forma continua (Figura 7.12). Esto permite estudiar el comportamiento de un material en movimiento, obteniendo su curva de flujo y viscosidad. En un reómetro, estos ensayos se pueden realizar en dos configuraciones, que difieren en los parámetros preestablecidos (Mezger, 2014).



*Figura 7.12: Ensayo rotacional de cizallamiento de una muestra (Mezger, 2014).*

<sup>34</sup> Morrison, F. A. (2001). Understanding Rheology. Oxford University Press.

<sup>35</sup> Mezger, T. G. (2014). Applied Rheology. Graz: Anton Paar GmbH.

La primera consiste en los ensayos con velocidad de cizalla controlada (en inglés, *Controlled shear rate*), en donde se establece la velocidad de rotación ( $\text{min}^{-1}$ ) o la velocidad de cizalla ( $\text{s}^{-1}$ ) como parámetro controlado. Estos ensayos simulan procesos que dependen de la velocidad de flujo o del caudal volumétrico, como la aplicación de revestimientos con brocha, o de pinturas mediante pulverización o flujo a través de un tubo (Mezger, 2014)<sup>36</sup>.

La segunda configuración corresponde a los ensayos con esfuerzo de cizalla controlada (en inglés, *Controlled shear stress*), en donde se establece como variable controlada el torque o esfuerzo de cizalla. Estos ensayos simulan aplicaciones dependientes de la fuerza, como la fuerza necesaria para iniciar el bombeo de un material en reposo, para exprimir materiales de sellado de un cartucho o pasta de un tubo (Mezger, 2014).

El cambio entre las dos configuraciones del ensayo es posible mediante factores de conversión (Mezger, 2014). En la figura 7.13 se muestra los perfiles presentes de cada tipo de ensayo rotacionales en función del tiempo para curvas de flujo.

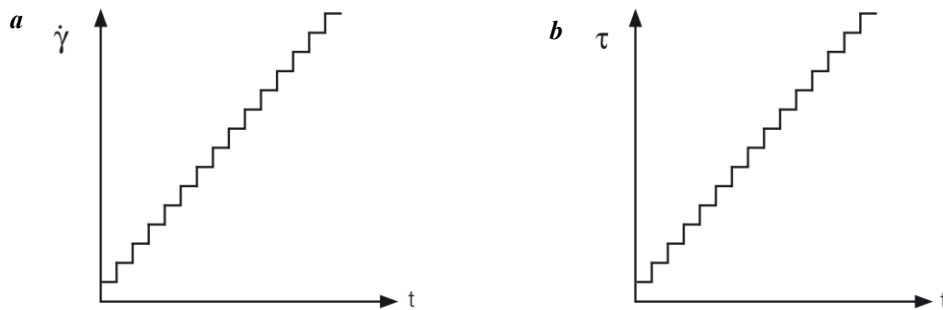


Figura 7.13: Perfiles preestablecidos para curvas de flujo (rampas escalonadas) en función del tiempo. Velocidad de cizalla controlada (a) y esfuerzo de cizalla controlada (b) (Mezger, 2014).

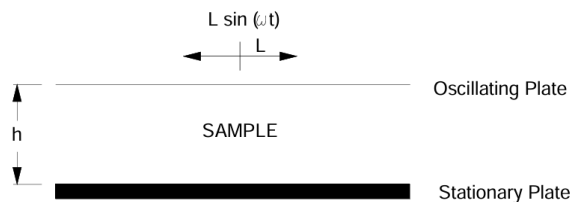
## b. Ensayos oscilatorios

El comportamiento viscoelástico de los materiales se puede determinar a partir de ensayos dinámicos que consisten en someter las muestras a movimientos oscilatorios. Normalmente, se aplica a la muestra una deformación sinusoidal que provoca la transmisión de cierto nivel de esfuerzo medido a través del torque recibido por el equipo (Steffe, 1992)<sup>37</sup>

<sup>36</sup> Mezger, T. G. (2014). Applied Rheology. Graz: Anton Paar GmbH.

<sup>37</sup> Steffe, J. F. (1992). Rheological methods in food process engineering. (Segunda ed.). Freeman Press.

Para explicar este ensayo, se considera la muestra contenida en dos platos rectangulares paralelos como se observa en la figura 7.14 (Steffe, 1992)<sup>38</sup>. El plato superior es el que genera la deformación sobre el sistema, mientras que el inferior permanece inmóvil.



**Figura 7.14: Deformación oscilatoria a un material ubicado entre dos placas paralelas (Steffe, 1992).**

La ec. 7.7 describe la deformación realizada sobre el material en función del tiempo.

$$\gamma = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad \text{Ecuación 7.7}$$

donde  $\gamma$  es la deformación aplicada en la muestra (adimensional),  $\gamma_0$  es la amplitud de la deformación, correspondiente al valor  $L/h$  (adimensional),  $\omega$  es la frecuencia angular (rad/s) y  $t$  es el tiempo (s).

Derivando la ec. 7.8 con respecto al tiempo, se obtiene la velocidad de deformación,  $\dot{\gamma}$  ( $s^{-1}$ ) (Ec. 7.8).

$$\dot{\gamma} = \gamma_0 \omega \cos(\omega t) \quad \text{Ecuación 7.8}$$

Para estudiar el comportamiento viscoelástico lineal (pequeñas deformaciones aplicados), el esfuerzo del material se expresa en la ec. 7.9:

$$\sigma^* = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad \text{Ecuación 7.9}$$

donde  $\sigma^*$  es el esfuerzo cortante de la muestra (Pa),  $\sigma_0$  es la amplitud del esfuerzo (Pa) y  $\delta$  es el ángulo de desfase (rad). La magnitud y el retardo del esfuerzo dependen de la naturaleza viscoelástica de la sustancia de ensayo (Steffe, 1992).

<sup>38</sup> Steffe, J. F. (1992). Rheological methods in food process engineering. (Segunda ed.). Freeman Press.

El comportamiento de la deformación provocada y el esfuerzo exhibido por el material viscoelástico, en función del producto entre la frecuencia y el tiempo, se puede observar en la figura 7.15 (Goodwin & Hughes, 2008)<sup>39</sup>.

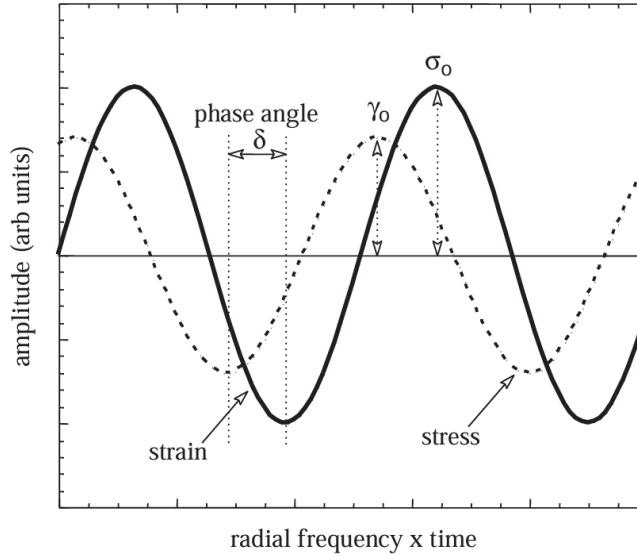


Figura 7.15: Esfuerzo de un material viscoelástico frente a una deformación oscilatoria (Goodwin & Hughes, 2008).

La ec. (8) se puede expandir mediante relaciones trigonométricas y dividir por  $\gamma_0$ , obteniendo la ec. 7.10:

$$\frac{\sigma^*}{\gamma_0} = \frac{\sigma_0 \cos(\delta)}{\gamma_0} \sin(\omega t) + \frac{\sigma_0 \sin(\delta)}{\gamma_0} \cos(\omega t) \tag{Ecuación 7.10}$$

Se puede observar que el comportamiento viscoelástico lineal del material puede ser descrito en función de la frecuencia  $\omega$  en este tipo de ensayos. Así, el esfuerzo puede ser escrito de acuerdo con la ec. 7.11.

$$\sigma^* = G' \gamma + \left( \frac{G''}{\omega} \right) \dot{\gamma} \tag{Ecuación 7.11}$$

donde  $G'$  y  $G''$  corresponden al módulo elástico (o de almacenamiento) y viscoso (o de pérdida) (Pa) representantes del comportamiento viscoelástico del material, respectivamente (Mezger, 2014)<sup>40</sup>.

<sup>39</sup> Goodwin, J. W., & Hughes, R. W. (2008). Rheology for Chemist An Introduction (Segunda ed.). Cambridge: The Royal Society of Chemistry.

<sup>40</sup> Mezger, T. G. (2014). Applied Rheology. Graz: Anton Paar GmbH

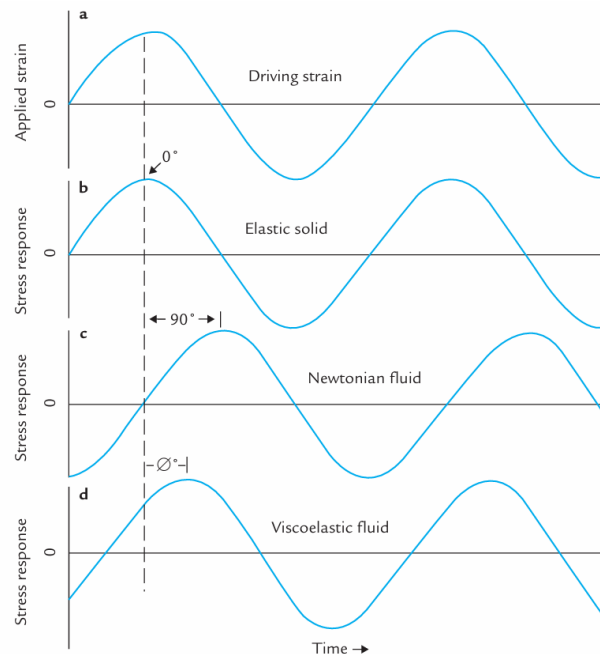
Dividiendo la expresión por  $\gamma_0$ , reemplazando la deformación (Ec. 7) y velocidad de deformación (ecuación 8) por sus expresiones y comparándola se obtienen las expresiones para cada módulo (Ecs. 7.12 y 7.13) (Steffe, 1992)<sup>41</sup>.

$$G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos(\delta) \quad \text{Ecuación 7.12}$$

$$G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin(\delta) \quad \text{Ecuación 7.13}$$

A partir de estas ecuaciones, se puede notar que el comportamiento de un sólido hookeano se encuentra en fase con la deformación aplicada ( $\delta = 0$ ). Por otra parte, el comportamiento de un líquido newtoniano se encuentra desfasado  $90^\circ$  con la deformación aplicada ( $\delta = \pi/2$ ).

Sin embargo, para materiales viscoelásticos, el esfuerzo cortante estará desfasado en un ángulo entre  $0$  y  $90^\circ$  debido a la suma de las componentes elásticas y viscosas. En la figura 7.16 se puede observar el esfuerzo cortante por la aplicación de una deformación para un sólido elástico, un fluido newtoniano y un material viscoelástico a lo largo del tiempo (Bourne, 2002)<sup>42</sup>.



**Figura 7.16: Esfuerzos de diferentes materiales reológicos frente una deformación oscilatoria (Bourne, 2002).**

<sup>41</sup> Steffe, J. F. (1992). Rheological methods in food process engineering. (Segunda ed.). Freeman Press.

<sup>42</sup> Bourne, M. C. (2002). Food Texture and Viscosity Concept and Measurement (Segunda ed.). Academic Press.

Un parámetro relevante y bastante usado para estudiar el comportamiento viscoelástico de un material es la tangente del ángulo de fase o factor de pérdida (Ec. 7.14).

$$\tan(\delta) = \frac{G''}{G'} \quad \text{Ecuación 7.14}$$

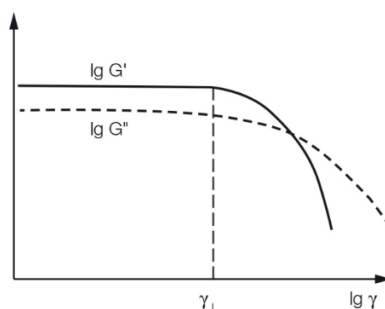
Este factor describe la razón entre las porciones viscosas y elásticas del sistema. En de particular interés cuando se utiliza para identificar transiciones de fase como, por ejemplo, cambios de estado o transiciones sol/gel (punto de gel) (Mezger, 2014)<sup>43</sup>.

### i. Barrido de amplitud

De acuerdo con lo discutido anteriormente, para poder estudiar la estructura de un material, se debe realizar ensayos a pequeñas deformaciones. Esto lleva a la interrogante de cuál es la máxima deformación en donde la muestra presenta un comportamiento viscoelástico lineal.

Los barridos de amplitud describen el comportamiento reológico del material en función de la deformación, realizado en un rango no destructivo. De esta forma, permite determinar el límite superior de deformación en donde el material presenta un comportamiento viscoelástico lineal (región viscoelástica lineal) (Mezger, 2014).

Estos ensayos consisten en la medición de los módulos de elástico y viscoso ante el aumento progresivo de la amplitud de la deformación a una frecuencia fija (generalmente 1 ó 10 Hz). En la figura 7.17 se muestra una representación obtenida de estos ensayos.



**Figura 7.17: Diagrama resultante de un barrido de deformación (Mezger, 2014).**

<sup>43</sup> Mezger, T. G. (2014). Applied Rheology. Graz: Anton Paar GmbH.

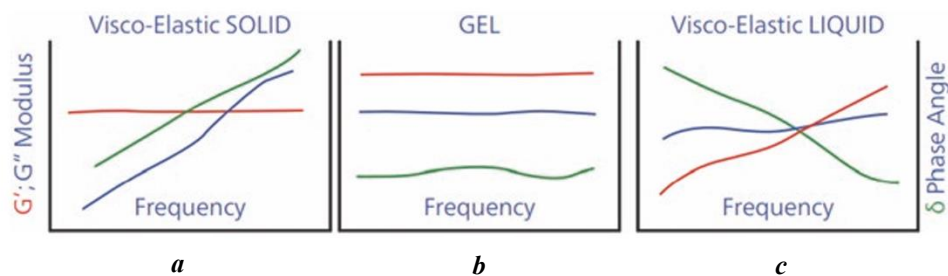
En estos diagramas se busca el límite de la región viscoelástica lineal, el cual corresponde a la deformación donde el módulo de elástico o el ( $G'$ ) presenta una desviación de un 10% con respecto al valor de la meseta o “plateau”. Esto permite configurar las pruebas oscilatorias siguientes a una deformación inferior para permanecer en el régimen viscoelástico lineal.

Otro parámetro que se puede estudiar en estos ensayos es el punto de flujo, el cual corresponde al valor de deformación en donde los módulos de almacenamiento y pérdida son iguales ( $G' = G''$ ). Este punto indica el mínimo valor de deformación en donde el material empezará a fluir. Los resultados extraídos de los barridos de amplitud dependen de las condiciones preestablecidas del ensayo, por ejemplo, la frecuencia (Mezger, 2014)<sup>44</sup>.

## ii. Barrido de frecuencia

Al determinar el punto de fluencia del material, se puede proceder al estudio de su estructura (espectro mecánico). Los materiales viscoelásticos exhiben dependencia temporal, lo cual puede ser analizado mediante un barrido de frecuencias a una deformación determinada (Rosenthal & Chen, 2024)<sup>45</sup>. Esta deformación debe situarse dentro del régimen viscoelástico lineal, previamente determinado en el barrido de amplitud.

Altas frecuencias son usadas para simular un movimiento rápido a escalas de tiempo pequeñas, mientras que bajas frecuencias simulan un movimiento lento a escalas de tiempo extensas o en reposo (Mezger, 2014). En la figura 7.18 se muestra los espectros mecánicos distintos materiales, es decir, los módulos de almacenamiento y pérdida junto con la tangente del ángulo de fase.



**Figura 7.18:** Espectro mecánicos de un material viscoelástico sólido (a), gel (b) y líquido viscoelástico (c) en función de la frecuencia (Rosenthal & Chen, 2024).

<sup>44</sup> Mezger, T. G. (2014). Applied Rheology. Graz: Anton Paar GmbH.

<sup>45</sup> Rosenthal, A., & Chen, J. (2024). Food Texturology: Measurement and Perception of Food Textural Properties (Segunda ed.). Cham: Springer Nature Switzerland.

Se puede observar que, a bajas frecuencias, un material sólido viscoelástico mostrará un  $G'$  superior a  $G''$ , indicando que el comportamiento sólido es dominante. Para un gel,  $G'$  y  $G''$  son paralelos. Sin embargo, un líquido viscoelástico mostrará un  $G'$  inferior a  $G''$  a bajas frecuencias.

El espectro viscoelástico puede variar mucho en función del material. Algunos materiales pueden pasar a presentar a altas frecuencias un comportamiento inverso al que tenían en condiciones de reposo (Rosenthal & Chen, 2024)<sup>46</sup>.

Los espectros mecánicos de ciertos materiales se pueden describir de acuerdo con el modelo de Maxwell generalizado (Ec. 7.15 y 7.16) (Gupta., 2023)<sup>47</sup>.

$$G'(\omega) = \sum_{i=1}^q G_i \frac{\omega^2 \tau_i^2}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \quad \text{Ecuación 7.15}$$

$$G''(\omega) = \sum_{i=1}^q G_i \frac{\omega \tau_i}{1 + \omega^2 \tau_i^2} \quad \text{Ecuación 7.16}$$

donde  $G_i$  son los módulos de rigidez (Pa) de cada resorte y  $\tau_i$  es el tiempo de relajación (s) de cada elemento del modelo de Maxwell generalizado.

### iii. Barrido de temperatura

Para evaluar el comportamiento viscoelástico en función de la temperatura, se realizan ensayos oscilatorios bajo condiciones mecánico-dinámicas constantes y no destructivas (Mezger, 2014). Esto significa que la amplitud y frecuencia se mantienen invariantes mientras que se modifica la temperatura y analiza los módulos de almacenamiento y de pérdida. Así, se puede estudiar cambios de fases y/o transiciones sol-gel de diversos materiales (Mezger, 2014)<sup>48</sup>.

<sup>46</sup> Rosenthal, A., & Chen, J. (2024). Food Texturology: Measurement and Perception of Food Textural Properties (Segunda ed.). Cham: Springer Nature Switzerland.

<sup>47</sup> Gupta, B. R. (2023). Rheology Applied in Polymer Processing. Abingdon: CRC Press.

<sup>48</sup> Mezger, T. G. (2014). Applied Rheology. Graz: Anton Paar GmbH.

## 7.3. Procedimientos experimentales en el laboratorio

### 7.3.1. Materiales

Los aceites empleados para las emulsiones y oleogeles estudiados en esta memoria de tesis fueron aceite de girasol. El aceite de girasol (Aceites ABRIL, SL, Ourense, España) fue adquirido en supermercados locales ubicados en Santiago de Compostela.

Se empleó HPMC con diferentes viscosidades aparentes: 80-120 cP (Baja viscosidad y peso molecular viscosimétrico) y 2600-5600 cP (Alta Viscosidad y peso molecular viscosimétrico) en disolución acuosa al 2% a 20°C (Montes et al., 2022)<sup>49</sup>. Ambos agentes gelificantes fueron comprados de Sigma-Aldrich Company y presentan proporciones de grupos metoxilo y hidroxipropilo de 28,7 y 9,1%, respectivamente.

Las micropartículas de quitina fueron suministradas por el Grupo de Investigación, previamente preparadas para otras investigaciones empleando el método descrito por Nikiforidis & Scholten (2015)<sup>50</sup>, partiendo de quitina comercial (Glentham Life Sciences, Corsham, Reino Unido).

Se utilizó agua destilada proveniente de la plata piloto de la Escola de Enxeñaría Química para las disoluciones.

### 7.3.2. Equipamiento del laboratorio

En esta sección se presentan los equipos de laboratorios empleados para la experimentación de esta memoria de tesis.

---

<sup>49</sup> Montes, L., Rosell, C. M., & Moreira, R. (2022). Rheological Properties of Corn Starch Gels With the Addition of Hydroxypropyl Methylcellulose of Different Viscosities. *Frontiers in Nutrition*, 9. doi:10.3389/fnut.2022.866789

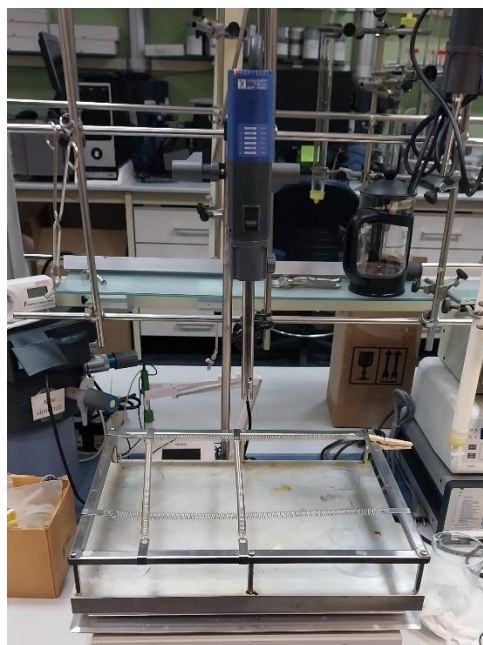
<sup>50</sup> Nikiforidis, C. V., & Scholten, E. (2015). Polymer organogelation with chitin and chitin nanocrystals. *RSC Advances*, 5(47), 37789-37799. doi:10.1039/c5ra06451a



*Figura 7.19: Granatario Mettler PJ3000 Balans.*



*Figura 7.20: Agitador continuo IKA-WERK RW 20 de 4 hélices.*



*Figura 7.21: Montaje para la formación de emulsiones.*



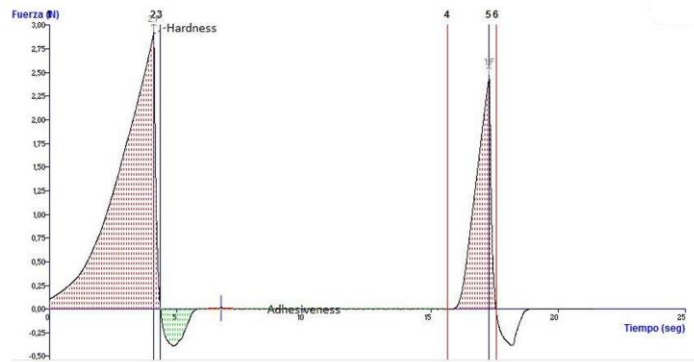
*Figura 7.22: Secado convectivo Angelantoni, Challenge 250.*



*Figura 7.23: Reómetro Anton Paar MCR 301.*



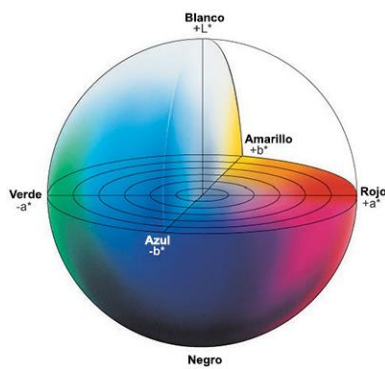
*Figura 7.24: Texturómetro TA.XTPlus.*



**Figura 7.25:** Variación temporal de la fuerza ejercida sobre el oleogel.



**Figura 7.26:** Equipo experimental utilizado para las mediciones de color del oleogel. Colorímetro Konica Minolta CR-400 (a) y placa calibradora (b).



**Figura 7.27:** Espacio CIELAB (Konica Minolta, s.f. a).

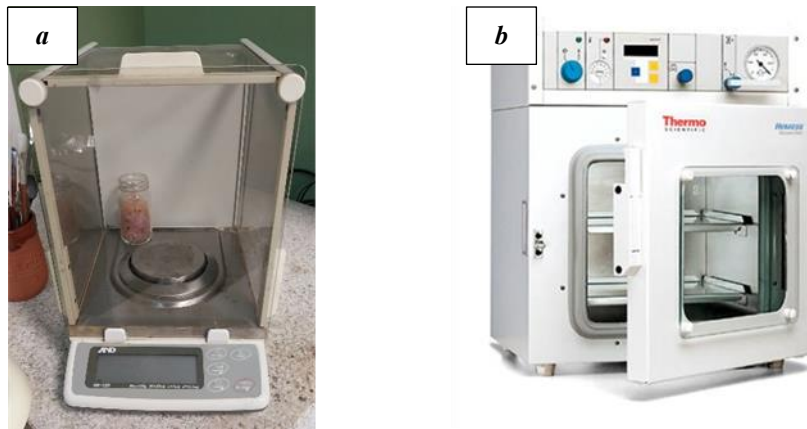


*Figura 7.28: Centrifuga para tubos HW1.*

### 7.3.3. Cálculo de la humedad y masa de HPMC necesaria para la emulsión

Debido a la higroscopicidad del HPMC, se determinó la humedad de los dos tipos de HPMC mediante un método gravimétrico. Esto es relevante para definir rigurosamente las masas de agua y HPMC en la preparación de las emulsiones.

Se pesaron dos placas de vidrio en una balanza analítica (Orion A&D, HR120, Michigan, Estados Unidos) (Figura 7.29a), anotando sus masas. Luego, en cada placa, se depositó 0,5 g de cada HPMC. Las placas fueron secadas a 70°C y en condiciones de vacío (< 10 kPa) en una estufa de vacío (Heraeus vacutherm VT6025, Thermoscientific, Massachusetts, Estados Unidos) (Figura 7.29b). Las muestras permanecieron durante 36 h hasta su completo secado. Transcurrido el tiempo, se retiraron y pesaron las placas de vidrio.



**Figura 7.29: Equipamiento utilizados para determinación del contenido de humedad del HPMC. Balanza analítica HR120 (a) y estufa de vacío Heraeus vacutherm VT6025 (b).**

La determinación del porcentaje de humedad (base seca) para cada HPMC se realizó a través de la ec. 7.17.

$$X_{HPMC_j} \left( \frac{g \text{ H}_2\text{O}}{g \text{ HPMC seco}} \right) = \frac{(m_{i,j} - m_{f,j})}{(m_{f,j} - m_{p,j})} \quad \text{Ecuación 7.17}$$

donde  $X_{HPMC_j}$  es el porcentaje (%) de humedad de cada HPMC ( $j = B$  o  $A$ ),  $m_{i,j}$  es la masa inicial de HPMC (g),  $m_{f,j}$  es la masa final de la muestra después del secado (g) y  $m_{p,j}$  es la masa de la placa de vidrio (g).

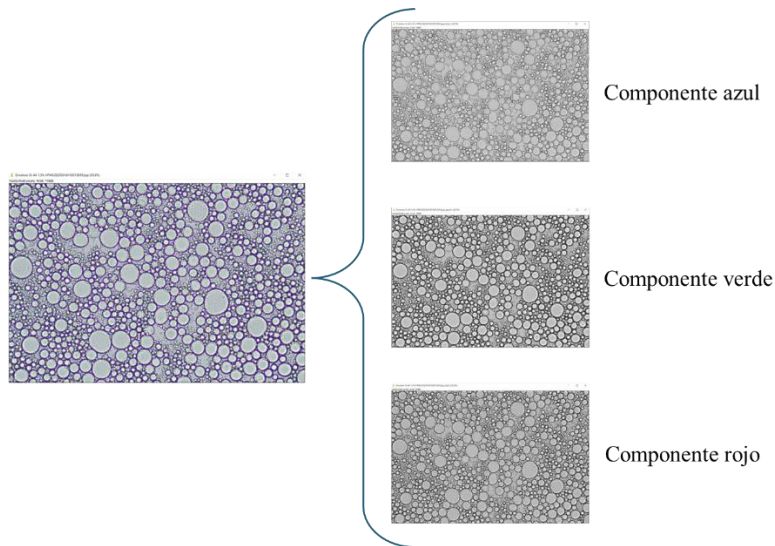
De esta forma, la masa del polímero necesaria para una concentración dada en la emulsión se calculó con la ec. 7.18.

$$m_{HPMC} (g) = c_{HPMC} m_b (1 + X_{HPMC_j}) \quad \text{Ecuación 7.18}$$

donde  $m_{HPMC}$  corresponde a la masa de HPMC a añadir (g),  $c_{HPMC}$  la concentración de HPMC deseada (% p/p) y  $m_b$  la masa total de la emulsión (g).

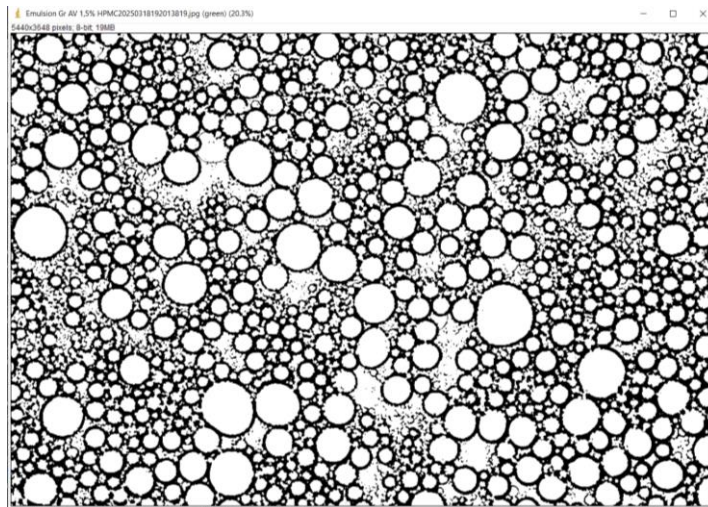
### 7.3.4. Tratamiento de imágenes obtenidas por microscopía óptica

El tratamiento de las imágenes se realizó utilizando el software ImageJ. Cada imagen fue separada en sus componentes RGB, en donde se seleccionó la imagen en color verde (Figura 7.30).

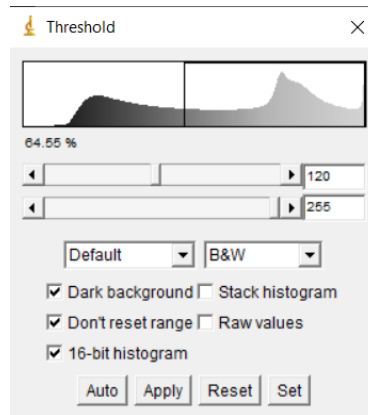


*Figura 7.30: División RGB de las imágenes capturadas mediante microscopía óptica.*

Luego, se modificó el “threshold” de la imagen para resaltar el contorno de las gotas (figura 7.31), aplicando la misma configuración en todos los ensayos como se ve en la figura 7.32.

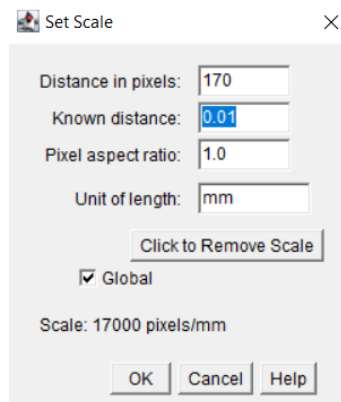


*Figura 7.31: Imagen procesada con el parámetro "threshold".*



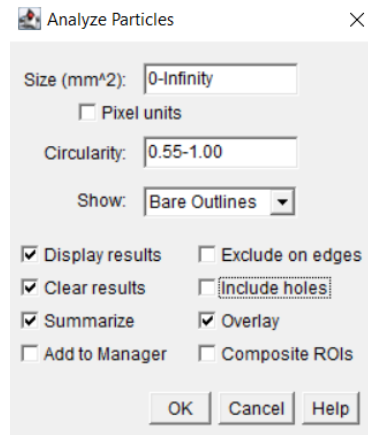
*Figura 7.32: Configuración del filtro "threshold".*

Posteriormente, se realizó el conteo de gotas presente definiendo la escala de medida correspondiente a 170 pixeles por 0,01 mm (Figura 7.33).

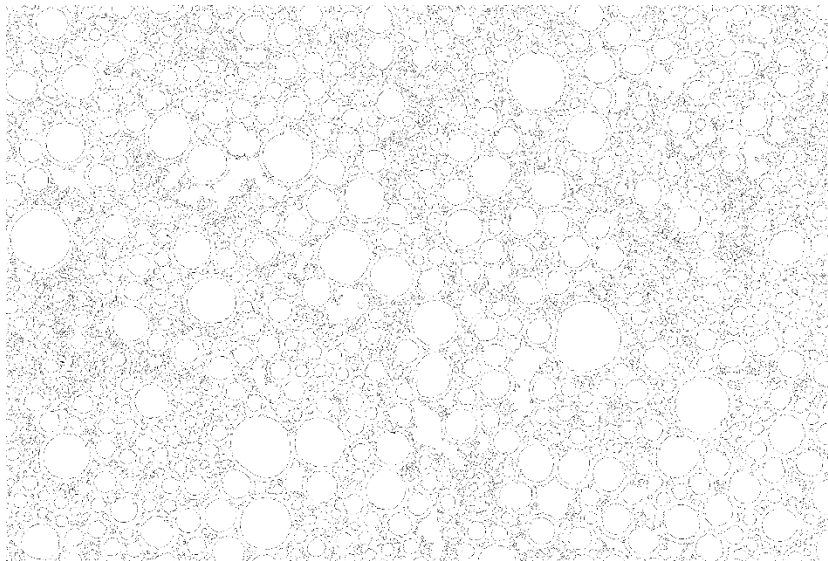


*Figura 7.33: Configuración de la escala de medida en la imagen.*

Así, se procedió al análisis de las gotas de acuerdo con la configuración para el conteo de gotas (Figura 7.34), en donde se obtuvo la imagen procesada como se observa en la figura 7.35.



*Figura 7.34: Configuración del análisis de gotas.*



*Figura 7.35: Conteo de gotas resultante mediante el software ImageJ.*

Para corroborar la contabilización de las gotas con respecto a la imagen original, se superpuso la imagen original observándose que el software identificaba adecuadamente las gotas presentes en la imagen.

Una vez completado el conteo de gotas, el software entregó el número y área de cada gota. Así, este procedimiento se aplicó para todas las imágenes capturadas.

A partir de los datos obtenidos, se calculó el diámetro de gota utilizando la ec. 7.19.

$$d_i = \sqrt{\frac{4 \cdot A_i}{\pi}}$$

**Ecuación 7.19**

donde  $d_i$  ( $\mu\text{m}$ ) corresponde al diámetro de la  $i$ -ésima gota con área  $A_i$  ( $\mu\text{m}^2$ ). Así, se realizó la distribución de tamaño de cada gota en función de su diámetro y se determinó el diámetro promedio ( $d_p$ ) de cada sistema (Ec.7.20).

$$d_p = \sum_{i=1}^h d_i$$

**Ecuación 7.20**

Por último, se determinó el diámetro de Sauter promedio,  $D_{3,2}$ , definido como la media entre el cociente de la suma del volumen y la superficie de todas las gotas (Ec. 7.21).

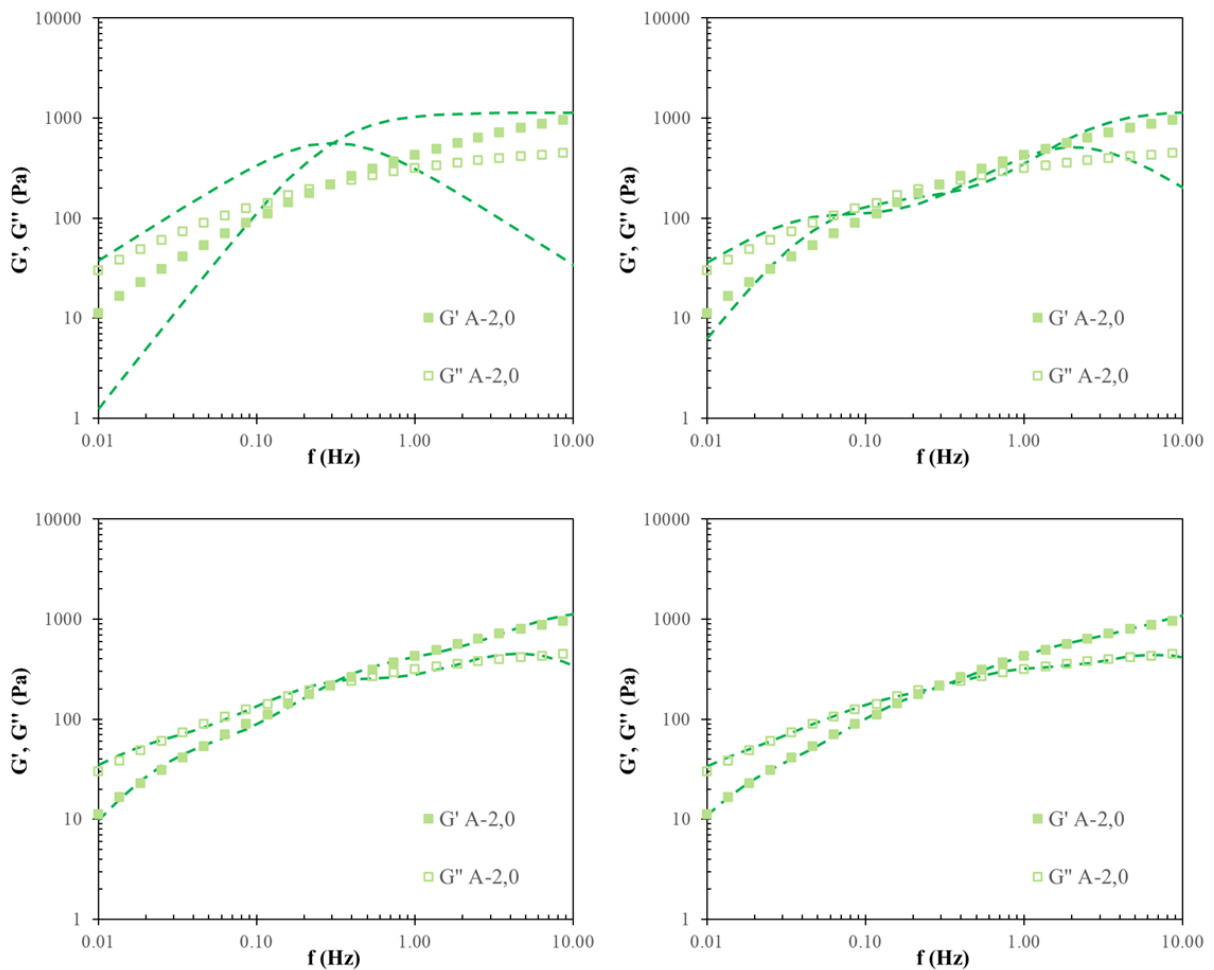
$$D_{3,2} = \frac{\sum_{i=1}^h h_i d_i^3}{\sum_{i=1}^h h_i d_i^2}$$

**Ecuación 7.21**

donde  $h$  es el número de gotas. Este parámetro se utiliza usualmente para determinar el tamaño medio de un sistema particulado polidisperso.

### 7.3.5. Selección del número de elementos del modelo de Maxwell generalizado para la modelización reológica

Se probó ajustar, por mínimos cuadrados, el comportamiento reológico de las emulsiones con HPMC A a partir de las ecuaciones 7.15 y 7.16 partiendo con 1 elemento hasta 4 elementos. En la figura 7.36, se muestra los resultados obtenidos de los ajustes para el sistema “A-2,0”. Se observa una modelización adecuada de los módulos elástico y viscoso con 4 elementos del modelo. Esta configuración se mantuvo para el resto de los sistemas con HPMC A.



**Figura 7.36:** Comparativa por elemento del modelo de Maxwell generalizado para el espectro mecánico de emulsiones con HPMC A. Las líneas --- corresponden al ajuste realizado sobre los módulos viscoelásticos mediante el modelo de Maxwell usando a) 1, b) 2, c) 3 y d) 4 elementos.

### 7.3.6. Parámetros estadísticos empleados para la modelización reológica

En este capítulo se indica los parámetros estadísticos empleados para el ajuste de los modelos reológicos con respecto a los datos experimentales obtenidos (Ecs. 7.22 a 7.27)

$$E_i = X_{exp} - X_{modelo} \quad \text{Ecuación 7.22}$$

donde  $E_i$  es el error experimental,  $X_{exp}$  es el dato experimental y  $X_{modelo}$  es el valor dado por el modelo. De acuerdo con el ensayo, estas variables presentan sus respectivas unidades de medida de acuerdo con las propiedades experimentales y tratamientos utilizados.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^r (X_i - \bar{X})^2 - \sum_{i=1}^r E_i^2}{\sum_{i=1}^r (X_i - \bar{X})^2} \quad \text{Ecuación 7.23}$$

donde  $R^2$  es el coeficiente de determinación,  $X_i$  es el valor experimental de punto experimental  $i$ ,  $\bar{X}$  es el valor promedio de la variable  $X$  y  $r$  es el tamaño de muestra.

$$SSE = \frac{1}{r} \cdot \sum_{i=1}^r E_i^2 \quad \text{Ecuación 7.24}$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^r E_i^2}{r - K}} \quad \text{Ecuación 7.25}$$

$$MRD = \frac{1}{r} \cdot \sum_{i=1}^r \left| \frac{E_i}{X_i} \right| \quad \text{Ecuación 7.26}$$

$$\varphi = \frac{R^2}{RMSE \cdot MRD} \quad \text{Ecuación 7.27}$$

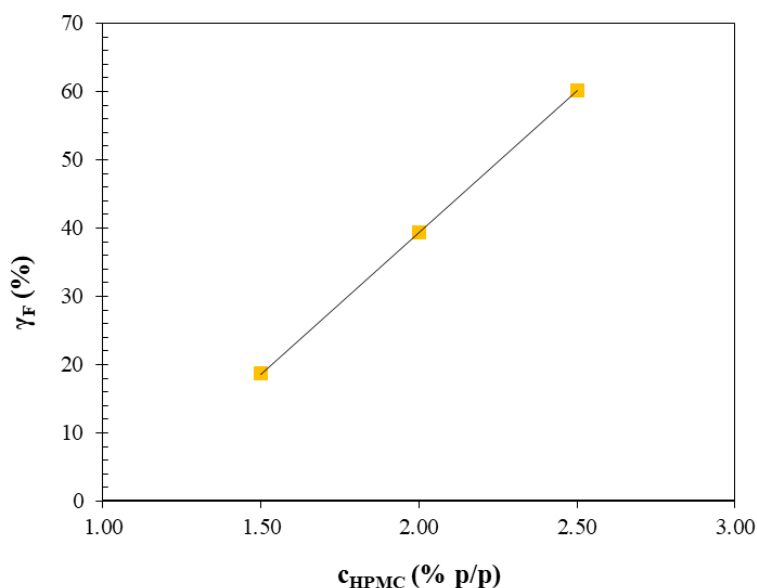
donde  $SSE$  corresponde a la suma de cuadrado del error,  $RMSE$  es la raíz del error cuadrático medio,  $K$  es el número de parámetros del modelo escogido,  $MRD$  es la desviación relativa media y  $\varphi$  es el parámetro de bondad del ajuste.

## 7.4. Resultados experimentales complementarios

En este capítulo se muestra los resultados complementarios realizados durante elaboración de la memoria.

### 7.4.1. Efecto de la concentración de HPMC en la deformación de flujo y fluencia de las emulsiones

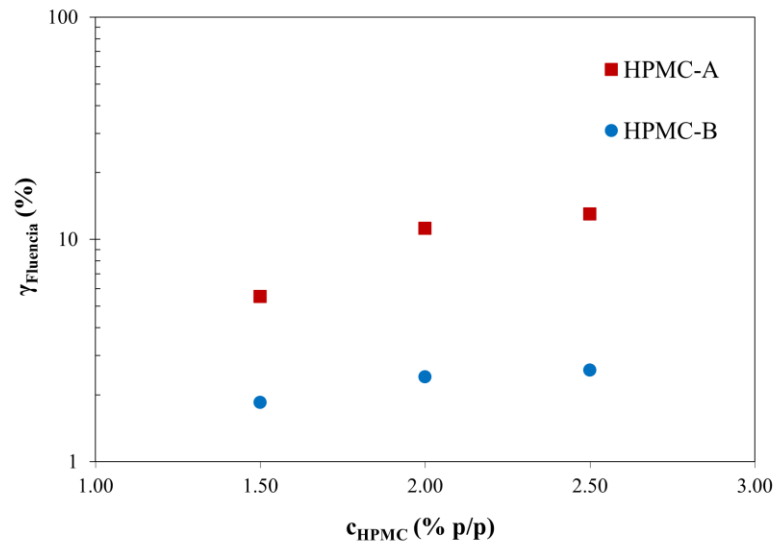
En la figura 7.37, se muestra el efecto de la concentración de HPMC A en la deformación de flujo.



*Figura 7.37: Influencia de la concentración de HPMC A con respecto a la deformación de flujo de las emulsiones con aceite de girasol. La línea — corresponde al ajuste lineal realizado.*

Se estableció una relación lineal entre la deformación de flujo con la concentración, con una pendiente de  $41.46 \pm 0.04$  ( $\% \gamma / \% \text{ HPMC p/p}$ ) y un intercepto de  $-43.57 \pm 0.08$  ( $\% \gamma$ ), mientras que el coeficiente de determinación fue de 0.99.

En la figura 7.38 se muestran las deformaciones de fluencia con respecto a las concentraciones de HPMC de alto y bajo peso molecular para el análisis de las regiones viscoelástica lineal de las emulsiones.



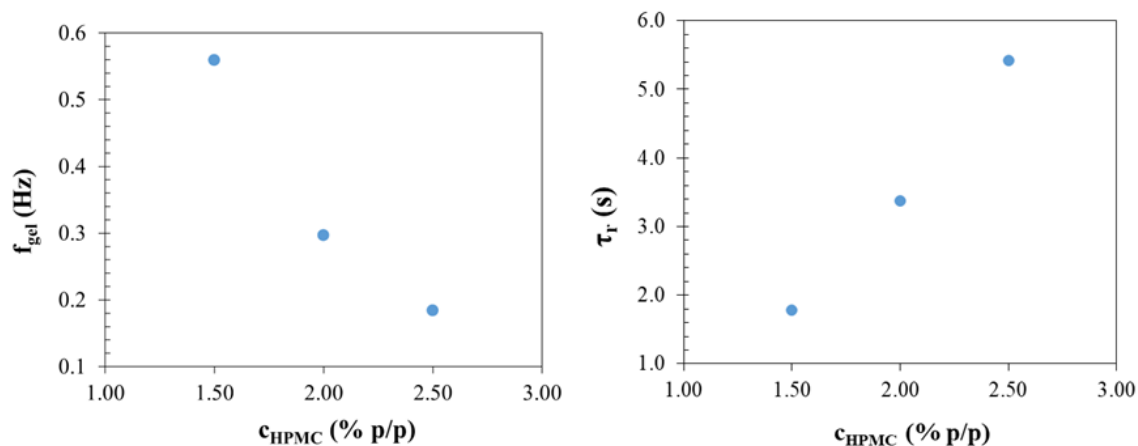
*Figura 7.38: Efecto de la concentración y tipo de HPMC en la deformación de fluencia de las emulsiones de aceite de girasol.*

A una concentración fija, las emulsiones con HPMC B presentan una menor deformación de fluencia en comparación con las emulsiones formadas con HPMC A, implicando regiones viscoelásticas lineales más acotados.

Por otra parte, se observa un aumento de la deformación de fluencia y, por consiguiente, de la LVR con la concentración para ambos tipos de HPMC. Esto indica que una mayor concentración del polímero en la emulsión conducirá a una mayor resistencia frente a la deformación y así estudiar su estructura a través del barrido de frecuencia.

#### **7.4.2. Frecuencia y tiempo de relajación de las emulsiones con diferentes concentraciones de HPMC A**

En la figura 7.39 se muestra la frecuencia de gel y tiempos de relajación con respecto a la concentración de HPMC A en la emulsión.



*Figura 7.39: Efecto de la concentración de HPMC A sobre la frecuencia de gel y tiempo de relajación de las emulsiones de aceite de girasol.*

El aumento de la concentración de polímero conlleva a tiempos de relajación mayores, es decir, la emulsión tarda más tiempo en recuperar su estado original ante la aplicación de una deformación dentro de la región viscoelástica línea a dicha frecuencia. Este fenómeno suele relacionado por la mayor concentración de polímero en la fase continua (Sunthar, 2010).

### 7.4.3. Comportamiento de los parámetros viscosos con la concentración de HPMC

Una vez realizadas las modelizaciones de las curvas de flujo, se correlacionaron los parámetros de los modelos de Casson y Cross-Williamson con la concentración de HPMC. En la figura 7.40 se muestra la influencia de la concentración de HPMC sobre los parámetros de Casson y Cross-Williamson.

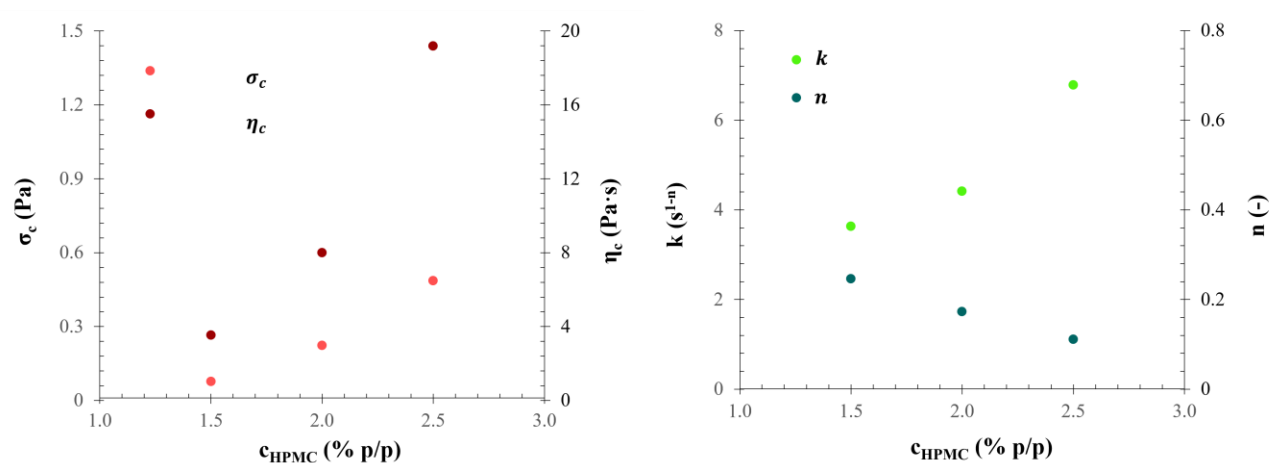


Figura 7.40: Efecto de la concentración de HPMC sobre los parámetros viscosos del modelo de Casson (izquierda) y Cross-Williamson (derecha).

En las tablas 7.1 y 7.2, se determinaron los parámetros de ajuste que relacionan los modelos viscosos con la concentración de acuerdo con las ecuaciones 7.28 a 7.31.

$$\sigma_c = u_1 e^{u_2 \cdot c_{HPMC}} \tag{Ecuación 7.28}$$

$$\eta_c = u_3 e^{u_4 \cdot c_{HPMC}} \tag{Ecuación 7.29}$$

$$k = s_1 e^{s_2 \cdot c_{HPMC}} \tag{Ecuación 7.30}$$

$$n = s_3 e^{s_4 \cdot c_{HPMC}} \tag{Ecuación 7.31}$$

Tabla 7.1: Parámetros de ajuste en función de la concentración de HPMC B con respecto al modelo de Casson.

Parámetros de ajuste	$\sigma_c$ (Pa)	$\eta_c$ (Pa·s)
$u_1$ (Pa)	0,01 ± 0,00	-
$u_2$ (-)	1,83 ± 0,16	-
$u_3$ (Pa·s)	-	0,27 ± 0,02
$u_4$ (-)	-	1,69 ± 0,03
$R^2$	0,996	1,00

SSE	0,01	0,00
$\varphi$	10856,95	11396,27

Tabla 7.2: Parámetros de ajuste en función de la concentración de HPMC B con respecto al modelo de Cross-Williamson.

Parámetros de ajuste	$k (s^{1-n})$	$n (-)$
$s_1 (s^{1-n})$	$1,37 \pm 0,38$	-
$s_2 (-)$	$0,63 \pm 0,14$	-
$s_3 (-)$	-	$0,82 \pm 0,09$
$s_4 (-)$	-	$-0,80 \pm 0,09$
$R^2$	0,966	1,00
SSE	1,745	0,00
$\varphi$	1035,47	16745,79

Los modelos exponenciales ajustaron exitosamente los parámetros viscosos de los modelos de Casson y Cross-Williamson, a excepción del índice de consistencia, el cual presentó un coeficiente de determinación con un valor de 0,966. Esto sugiere que las curvas de flujo de las emulsiones con HPMC B pueden ser modelizadas satisfactoriamente en función de la concentración del polímero, lo cual puede facilitar el estudio de estos sistemas a concentraciones intermedias. No obstante, en el caso de las emulsiones con HPMC A, es necesario utilizar otro modelo, o bien ampliar el rango de concentraciones para lograr una mejor modelización.

#### 7.4.4. Efecto de la concentración de quitina en los parámetros viscosos

Una vez realizada la modelización de las curvas de flujo, se estudió la influencia de la concentración de quitina en los parámetros de los modelos de Casson, representado en la figura 72.

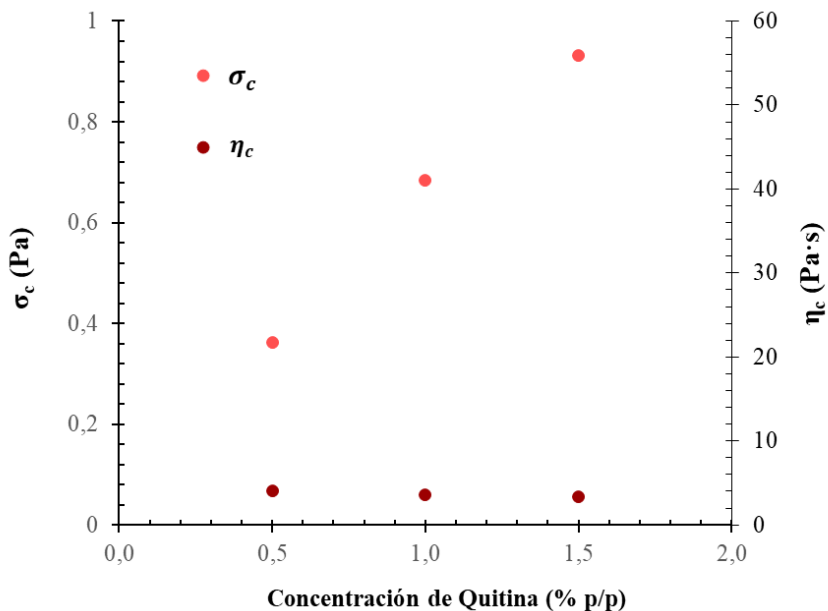


Figura 7.41: Efecto de la concentración de quitina sobre los parámetros viscosos del modelo de Casson.

En la tabla 7.3 se recogen los parámetros de ajuste de las correlaciones de los parámetros del modelo Casson con la concentración de quitina entre 0,5 y 1,5% según las ecuaciones 7.32 y 7.33.

$$\sigma_c = q_1 e^{q_2 \cdot c_{HPMC}} \quad \text{Ecuación 7.32}$$

$$\eta_c = q_3 e^{q_4 \cdot c_{HPMC}} \quad \text{Ecuación 7.33}$$

Tabla 7.3: Parámetros de ajuste en función de la concentración de HPMC B con respecto al modelo de Casson.

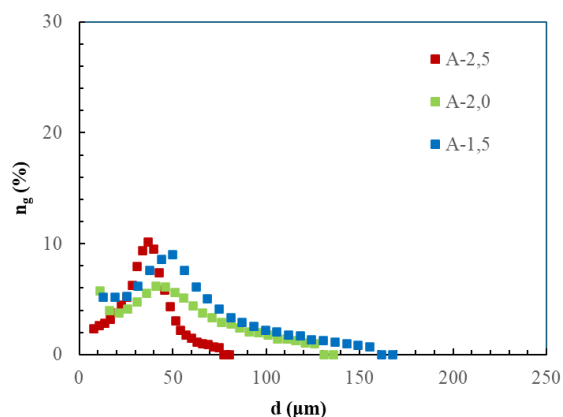
Parámetros de ajuste	$\sigma_c$ (Pa)	$\eta_c$ (Pa·s)
$q_1$ (Pa)	$0,24 \pm 0,04$	-
$q_2$ (-)	$0,94 \pm 0,19$	-
$q_3$ (Pa·s)	-	$4,41 \pm 0,42$
$q_4$ (-)	-	$-0,19 \pm 0,02$
$R^2$	0,958	0,995

SSE	0,03	0,01
$\varphi$	5085,14	13176,98

Se observa que el modelo exponencial ajusta satisfactoriamente la viscosidad crítica del modelo de Casson, lo cual no se ocurre con el esfuerzo crítico al presentar un coeficiente de determinación de 0,958. Esto indica que es necesario utilizar otro modelo, o bien ampliar el rango de concentraciones para lograr una mejor modelización al igual que lo observado en las emulsiones con HPMC A.

#### 7.4.5. Influencia de la concentración de HPMC en distribución de tamaño de gota de las emulsiones

En la figura 7.43 se muestra la distribución porcentual de tamaño de gota de las emulsiones con HPMC A.



*Figura 7.42: Distribución del tamaño de gota de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC A.*

Se observa una distribución unimodal con forma de campana en las emulsiones para las tres concentraciones de HPMC A. Las modas correspondieron a diámetros de gota de 50,1  $\mu\text{m}$  para una concentración de HPMC B de 1,5%; 41,1  $\mu\text{m}$  al 2,0% y 37,0  $\mu\text{m}$  al 2,5%. El aumento de la concentración de HPMC A condujo a una ligera disminución de la moda. Asimismo, una mayor concentración condujo a una reducción del rango de los diámetros de gota, pasando de un diámetro máximo de 191,0 a 158,9  $\mu\text{m}$ , por último, a 76,2  $\mu\text{m}$ .

En la figura 74 se muestra la distribución de tamaño de gota porcentual de las emulsiones con HPMC B.

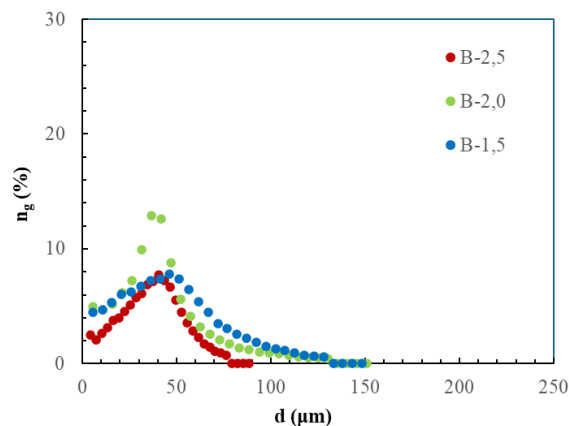


Figura 7.43: Distribución del tamaño de gota de las emulsiones de aceite de girasol y HPMC B.

En esta ocasión se encontró una distribución unimodal con forma de campana a todas las concentraciones de HPMC estudiadas. Las modas correspondieron a diámetros de gota de 46,8 µm para una concentración de HPMC B de 1,5%; 42,0 µm al 2,0% y 41,6 µm al 2,5%. Asimismo, el aumento de la concentración de HPMC redujo los diámetros máximos de gota, pasando de 132,7 a 127,52, por último, a 78,0 µm. Estos resultados indicaron que el aumento de la concentración de HPMC disminuyó el diámetro máximo de gota.

### 7.4.6. Efecto de la concentración de quitina en distribución de tamaño de gota de las emulsiones

En la figura 7.45 se muestra la distribución porcentual de tamaño de gota de las emulsiones con HPMC B y diferentes concentraciones de quitina además del sistema sin quitina (B-1,5).

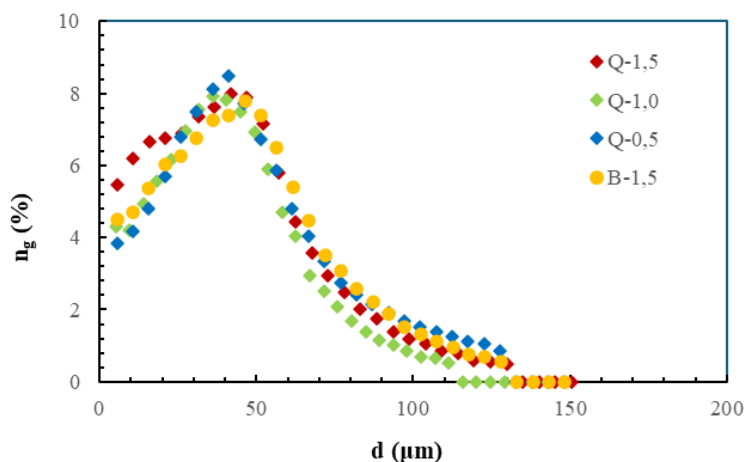


Figura 7.44: Distribución del tamaño de gota de las emulsiones de aceite de girasol, HPMC B y quitina.

Se observa una distribución unimodal con forma de campana para todas las concentraciones de quitina, siendo semejantes al sistema sin quitina. Las modas corresponden al mismo diámetro de la emulsión con sólo HPMC B (sin quitina). Asimismo, el aumento de la concentración de quitina no condujo a una reducción del rango de los diámetros de gota. Esto indica que la adición de partículas sólidas no produce ningún efecto significativo en la distribución del tamaño de gota de la emulsión producto del tamaño de partícula de la quitina, lo cual concuerda con lo visto en los espectros mecánicos de las emulsiones.

## UNIVERSIDAD DE CONCEPCION – FACULTAD DE INGENIERIA

### RESUMEN DE MEMORIA DE TÍTULO

**Departamento** : Departamento de Ingeniería Química  
**Carrera** : Ingeniería Civil Química  
**Nombre del memorista** : Alonso Andrés Escobar Ochoa  
**Título de la memoria** : Caracterización de emulsiones y oleogeles con hidroxipropilmetilcelulosa y micropartículas de quitina  
**Fecha de la presentación oral:**  
**Profesor(es) Guía** : Miguel Pereira Soto  
**Profesor(es) Revisor(es)** : Johanna Castaño  
**Concepto** :  
**Calificación** :

#### RESUMEN (Máximo 200 palabras)

El alto consumo de grasas es uno de los factores de riesgo para enfermedades. Una de las soluciones planteadas es la estructuración de aceites, denominados oleogeles. El objetivo de este trabajo es el estudio de las propiedades fisicoquímicas de emulsiones y oleogeles de aceite de girasol con diferentes concentraciones y pesos moleculares de HPMC, además de la adición de micropartículas de quitina utilizando el método de emulsión template. Se evaluaron la concentración de HPMC en emulsión (1.5; 2.0 y 2.5% p/p), peso de HPMC (alto o bajo peso molecular) y concentración de quitina en emulsión (0.5; 1.0 y 1.5% p/p). Las emulsiones aceite/agua se secaron por convección a 80°C, utilizando relaciones aceite/agua de 50:50. La caracterización incluyó ensayos reológicos, microscopía, análisis de textura (TPA), colorimetría y retención de aceite (OBC). El aumento de HPMC incrementó los módulos viscoelásticos y redujo el tamaño de gota de las emulsiones. Las emulsiones con HPMC de alto peso molecular (HPMC A) ajustaron adecuadamente al modelo generalizado de Maxwell con cuatro elementos. La incorporación de micropartículas de quitina aumentó la viscosidad, pero no afectó el comportamiento viscoelástico ni la distribución del tamaño de gota. En los oleogeles, el aumento de la concentración de HPMC de bajo peso molecular (HPMC B) conllevó a una mayor estructuración de los sistemas, dureza y OBC. Todos los oleogeles presentaron alta termoestabilidad y no se observaron cambios significativos en los parámetros de color con el aumento de HPMC independiente del tipo. La incorporación de quitina en los oleogeles llevó a un aumento de los módulos viscoelásticos, dureza, pero una disminución desfavorable del OBC.