



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Programa de Posgrado en Bioprocesos

La etilcelulosa en el desarrollo de emulsiones organogeladas

Artículo de Investigación que para obtener el grado de
Doctor en Ciencias en Bioprocesos

Presenta:

MC. Martha Laura García Ortega

Director de Tesis: Dr. Jorge Fernando Toro Vazquez
Co-Director de Tesis: Dr. Jaime David Pérez Martínez

SAN LUIS POTOSÍ, S.L.P.

ENERO DE 2024



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

Programa de Posgrado en Bioprocesos

La etilcelulosa en el desarrollo de emulsiones organogeladas

Artículo de Investigación que para obtener el grado de
Doctor en Ciencias en Bioprocesos

Presenta:

MC. Martha Laura García Ortega

Director de Tesis: Dr. Jorge Fernando Toro Vazquez
Co-Director de Tesis: Dr. Jaime David Pérez Martínez

Sinodales:

Presidente: Dr. Jorge Fernando Toro Vazquez

Secretario: Dr. Jaime David Pérez Martínez

Vocal: Dr. Mario Moscosa Santillán

Vocal: Dra. Claudia Álvarez Salas

Vocal: Dra. Elena Dibildox Alvarado

Sinodal externo: Dr. Pedro Aguilar Zárate

SAN LUIS POTOSÍ, S.L.P.

ENERO DE 2024

San Luis Potosí, S.L.P.
7 de diciembre, 2023

**Comité Académico del Posgrado
en Ciencias en Bioprocesos
Facultad de Ciencias Químicas
Universidad Autónoma de San Luis Potosí**

Por medio de la presente comunicamos que la tesis llevada a cabo por la alumna de Doctorado *Martha Laura García Ortega*, titulada **“LA ETILCELULOSA EN EL DESARROLLO DE EMULSIONES ORGANOGELADAS”**, ha sido concluida y aprobada por el comité tutorial. En este contexto solicitamos su autorización para programar el examen de defensa de la tesis para la titulación de la citada para el próximo día 10 de enero a las 12:00 pm en el Auditorio Chico (G203) de esta Facultad.

Atentamente

Dr. Jorge Fernando Toro Vazquez
Director de Tesis

Dr. Jaime David Pérez Martínez
Co-Director

Dr. Mario Moscosa Santillán
Asesor

Dra. Claudia Álvarez Salas
Asesora

Dra. Elena Dibildox Alvarado
Asesora

Dr. Pedro Aguilar Zárate
Asesor externo



**FACULTAD DE
CIENCIAS QUÍMICAS**

Dr. Manuel Nava Núm. 6
Zona Universitaria-CP78210
San Luis Potosí, S.L.P.
tel. (444) 826 24 40 al 46
fax (444) 826 2372
www.uaslp.mx

LA ETILCELULOSA EN EL DESARROLLO DE EMULSIONES ORGANOGELADAS

© 2023 by Martha Laura García Ortega is licensed under Attribution-NonCommercial-

NoDerivatives 4.0 International. To view a copy of this license, visit

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

Proyecto realizado en:

Laboratorio de Físicoquímica de Alimentos de la Facultad Ciencias Químicas de la
Universidad Autónoma de San Luis Potosí.

Con financiamiento de:

Beca – Tesis del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT):

CVU/Becario: 424776/260252

La estancia de investigación en la Universidad Saskatchewan (Canadá) fue apoyada
a través de una Beca Mixta 2017 Movilidad en el extranjero- Consejo Nacional de
Ciencia y Tecnología (CONACYT): CVU: 424776

La investigación fue financiada por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología
(CONACYT) a través del convenio CB-280981-2018 y por el gobierno de Canadá a
través de la NSERC Discovery Grant.

“El programa de Doctorado en Ciencias en Bioprocesos de la
Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Pertenece al Programa Nacional de Posgrados de Calidad (PNPC) del CONACyT,
registro 000590, en el Nivel Doctorado en Desarrollo.

Número de registro de la beca otorgada por CONACyT:

CVU/Becario:424776/260252”

”

AGRADECIMIENTOS ACADÉMICOS

Al Dr. Jorge Fernando Toro Vázquez, por la oportunidad de permitirme formarme dentro de su grupo de investigación, del que he aprendido tanto. Gracias por su paciencia, su guía y todos sus consejos.

Al Dr. Supratim Ghosh, de University of Saskatchewan, gracias por recibirme en su grupo de investigación, que me permitió crecer y expandir la mente hacia nuevas formas de trabajo.

A la Ing. Marisol Dávila Martínez, la M.C María Eugenia Charó Alvarado, la Dra. Mayra Aguilar Zárate y la Dra. Anaid de la Peña Gil, por su valioso apoyo y asesoramiento en la parte técnica y experimental de este trabajo.

A la Dra. Flor de María Álvarez Mitre, gracias por compartir su experiencia y su consejo.

A mi Co-director de tesis, el Dr. Jaime David Pérez Martínez, y a mis sinodales, Dra. Claudia Álvarez Salas, Dra. Elena Dibildox Alvarado y Dr. Mario Moscosa Santillán, por las valiosas sesiones de clase impartidas que contribuyeron a mi formación académica, y por sus valiosas recomendaciones que me permitieron mejorar.

AGRADECIMIENTOS PERSONALES

A mi familia, por su incondicional apoyo y motivación aún en la distancia y en los momentos difíciles.

A mis grandes compañeros y amigos con los que tuve el gusto de coincidir y aprender en el laboratorio de Físicoquímica de Alimentos, Mayra Aguilar Zárate, Marisol Dávila Martínez, Mariana Martínez Ávila, María del Carmen Gutiérrez Guerrero, Flor de María Álvarez Mitre, María Eugenia Charó Alvarado, Anaid De la Peña Gil, Araceli López Martínez y Gilda Avendaño.

ÍNDICE

CAPÍTULO I. “Desarrollo y caracterización de emulsiones agua-en-aceite estructuradas con oleogeles de etil celulosa”	6
RESUMEN.....	7
ARTÍCULO PUBLICADO.....	9
INFORMACIÓN SUPLEMENTARIA	25
CAPÍTULO II. “Caracterización termomecánica de oleogeles elaborados con etil celulosa de bajo peso molecular y monoglicéridos”.....	30
RESUMEN.....	31
ARTÍCULO ENVIADO PARA REVISIÓN.....	33
INFORMACIÓN SUPLEMENTARIA.....	50

CAPÍTULO I.

“Desarrollo y caracterización de emulsiones agua-en-aceite estructuradas con oleogeles de etil celulosa”

RESUMEN

La industria alimentaria enfrenta un enorme desafío para desarrollar emulsiones estables del tipo agua-en-aceite vegetal (W/O) con propiedades similares a productos untables como la margarina, pero con concentraciones reducidas de grasas saturadas y sin el uso de grasas *trans*. Las emulsiones agua-en-aceite son sistemas termodinámicamente inestables que presentan separación de fases en función del tiempo, lo que limita su aplicación en el desarrollo de productos comerciales comestibles.

El objetivo de este trabajo fue el desarrollar emulsiones geladas del tipo agua-en-aceite (Gelled-W/O-E) con un contenido de 20% de agua, a través de la mezcla de emulsiones convencionales agua-en-aceite (W/O-E) estabilizadas con monoestearato de glicerilo (GMS) y un oleogel de etilcelulosa (EC). Se emplearon técnicas de calorimetría diferencial de barrido (DSC), reología oscilatoria y microscopía confocal y de luz polarizada para analizar las propiedades termomecánicas, la microestructura y la estabilidad durante el almacenamiento de las emulsiones geladas (Gelled-W/O-E), las cuales fueron comparadas con sistemas control consistentes en emulsiones convencionales agua-en-aceite (W/O-E; sin EC en la fase oleosa) y oleogeles de EC-GMS (EC-GMS-O; sin agua añadida) formuladas utilizando las mismas concentraciones de GMS (0.5 Y 1%) y EC (7%) que las utilizadas en las emulsiones geladas (Gelled-W/O-E).

Los resultados obtenidos en los análisis reológicos mostraron que las Gelled-W/O-E presentaron mayor elasticidad (G') y estabilidad en comparación con los sistemas control (W/O-E y EC-GMS-O). Esto, a pesar de que las concentraciones de EC y GMS utilizadas se encontraban por abajo de la concentración mínima requerida para formar un gel, y del tentativamente más bajo contenido de sólidos en las Gelled-W/O-E que el contenido de sólido presente en los oleogeles control (EC-GMS-O). Esto derivado de la presencia de un 20% de agua en las Gelled-W/O-E. Utilizando microscopía

confocal y de luz polarizada se observó que al incrementar la concentración de GMS (0.5% a 1%) en las Gelled-W/O-E, el tamaño de gota decreció al tiempo que la G' del gel y la estabilidad de la emulsión incrementaron de forma significativa. Este comportamiento fue asociado a una interacción sinérgica entre la EC y el GMS que mantuvo al GMS en la interface agua-aceite de las gotas de agua. Estos resultados también mostraron el papel que las gotas de agua tienen al actuar como relleno activo de las Gelled-W/O-E, los cuales son determinantes en las propiedades reológicas de las emulsiones geladas. Igualmente, mostró que la eficiencia del GMS como emulsificante se incrementó en la presencia de EC en la fase oleosa. Por otra parte, los resultados de los ciclos térmicos obtenidos por DSC mostraron que un calentamiento de las emulsiones convencionales (W/O-E) resultó en la desestabilización de la emulsión derivado de la fusión del GMS en la interface agua-aceite, con la subsecuente coalescencia de las gotas de agua. En contraste, en las Gelled-W/O-E la presencia de la EC estabilizó a las emulsiones aún bajo la aplicación del tratamiento térmico. Esto resultó en una menor desestabilización de las gotas de agua, ya que la EC mantuvo al GMS en la interface agua-aceite.

Adicionalmente, se compararon las propiedades microestructurales de dos margarinas comerciales con aquellas de las Gelled-W/O-E, encontrándose que éstas últimas presentaron una menor G' , siendo esto asociado a un menor contenido de sólidos. Probablemente, la disminución del tamaño de gota en las emulsiones geladas permitiría alcanzar niveles de G' similares al de las muestras comerciales, pero sin el uso de grasas saturadas o *trans*.

Los resultados anteriores permiten concluir que existe una clara evidencia de una interacción sinérgica entre la EC y el GMS en emulsiones geladas. Las propiedades de dichas emulsiones pueden ser mejoradas al cambiar parámetros como la concentración de GMS utilizada. Así, las emulsiones geladas son una forma novedosa de obtener una funcionalidad similar a la de los productos untables como la margarina, sin el uso de grasas saturadas y *trans*.

ARTÍCULO PUBLICADO

“Development and characterization of structured water-in-oil emulsions with ethyl cellulose oleogels”

Artículo disponible en:

<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110763>

CAPÍTULO II

“Caracterización termomecánica de oleogeles elaborados con etil celulosa de bajo peso molecular y monoglicéridos”

RESUMEN

La estructuración de aceites vegetales sin el uso de ácidos grasos saturados y *trans* es esencial para la industria alimentaria que hoy en día enfrenta el desafío de incorporar aceites comestibles saludables en los productos alimenticios. Actualmente, la estructuración de aceites vegetales mediante el autoensamble molecular de (moléculas) gelantes comestibles es un área de investigación relevante. Entre las pocas moléculas de alto peso molecular capaces de gelificar aceites se encuentra la etil celulosa (EC).

El objetivo de este trabajo fue evaluar la interacción entre una etil celulosa (EC) de bajo peso molecular (19 KDa) y un monoglicérido comercial (MGc) en el desarrollo de oleogel de EC-MGc. Esto, a través de mediciones reológicas, DSC, espectroscopía de infrarrojo y microscopía de luz visible. Los oleogel fueron desarrollados mediante el enfriamiento (80°C a 2°C, 10°C/min) de soluciones de aceite vegetal conteniendo mezclas de EC en concentraciones superiores (10%), inferiores (7%) y a la concentración mínima gelante (8 %), en combinación con concentraciones de MGc por debajo de su concentración mínima gelante (0%, 0,1%, 0,25%, 0,5%, 1%).

Los resultados obtenidos mostraron que a una concentración de 0.1% de MGc la mayoría de los monoglicéridos desarrollaron puentes de hidrógeno con la EC. Esto es, los oleogel de EC-0.10% MGc se estructuraron a través de interacciones EC-monoglicérido-EC, y a medida que se incrementó la concentración de EC el aceite vegetal fue estructurado (atrapado físicamente) alcanzándose una mayor elasticidad (G') en comparación con los oleogel formulados únicamente con EC, esto es, sin la adición de MGc. A concentraciones de MGc $\geq 0.25\%$ la polaridad relativa del aceite vegetal favoreció las interacciones EC-EC por encima de las interacciones EC-monoglicérido-EC. Esto, tentativamente derivado de una mayor solubilidad del monoglicérido en el aceite lo que limitó las interacciones EC-monoglicérido-EC. A temperaturas $< 10^\circ\text{C}$ los monoglicéridos en la fase del aceite cristalizaron dentro de los espacios libres de las fibras entrelazadas de EC, actuando como un relleno activo.

De este modo, a la misma concentración de EC, los oleogeles EC-0.25% MGc, EC-0.5% MGc y EC-1% MGc alcanzaron mayores valores de G' que los oleogeles EC-0.10% MGc ($P < 0.01$). Este comportamiento fue más evidente a medida que la concentración de EC se incrementó en el sistema. Adicionalmente, las mediciones reológicas mostraron que por debajo de los 40°C la EC pasó por un reordenamiento estructural que disminuyó la elasticidad de los oleogeles. Debido a que dicho reordenamiento estructural fue dependiente de la velocidad de enfriamiento y de las concentraciones de EC y MGc, estas variables podrían ser utilizadas para diseñar las propiedades reológicas de los oleogeles desarrollados con EC de bajo peso molecular.

Los resultados anteriores permiten concluir que utilizando una EC de bajo peso molecular es factible el desarrollar oleogeles estructurados a través de su interacción con MGc a través de diferentes mecanismos dependiendo de la concentración de ambas moléculas gelantes. Así, el estudio de los factores que determinan la interacción EC-monoglicérido pueden resultar en el diseño de nuevos tipos de oleogeles con propiedades funcionales específicas útiles para la industria alimentaria.

ARTÍCULO ENVIADO PARA REVISIÓN

“Thermomechanical Characterization of Oleogels elaborated with a Low Molecular Weight Ethyl Cellulose and Monoglycerides”

Artículo en versión pre-impresión disponible en:

<https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-3576058/v1>